

## Cara uji air minum dalam kemasan



© BSN 2006

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi .....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Cara uji .....	1
2.1 Persiapan contoh .....	1
2.2 Keadaan .....	1
2.3 pH (metode elektrometri) .....	2
2.4 Kekkeruhan (metode nephelometri) .....	3
2.5 Zat yang terlarut (metode gravimetri) .....	4
2.6 Zat organik (angka KMnO <sub>4</sub> ) .....	5
2.7 Total organik karbon .....	8
2.8 Nitrat (metode spektrofotometri) .....	10
2.9 Nitrit (metode spektrofotometri) .....	11
2.10 Amonium (metode spektrofotometri) .....	13
2.11 Sulfat (metode spektrofotometri) .....	14
2.12 Klorida (metode titrasi) .....	15
2.13 Fluorida (metode spektrofotometri) .....	16
2.14 Sianida (metode spektrofotometri) .....	17
2.15 Besi (Fe) .....	20
2.16 Mangan .....	22
2.17 Klor bebas (metode spektrofotometri) .....	24
2.18 Kromium (Cr) .....	25
2.19 Barium (Ba) .....	27
2.20 Boron (B) .....	29
2.21 Selenium (Se) .....	31
2.22 Cemarkan logam .....	33
2.23 Cemarkan Arsen (As) .....	42
2.24 Cemarkan mikroba .....	44
Bibliografi .....	51



## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Cara uji air minum dalam kemasan (AMDK)* ini merupakan revisi SNI 01-3554-1998, *Cara uji air minum dalam kemasan*. Maksud dan tujuan penyusunan standar ini adalah sebagai acuan dalam menguji air minum dalam kemasan.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis Makanan dan Minuman telah dibahas dalam rapat konsensus di Jakarta pada tanggal 9 Desember 2004. Hadir dalam rapat tersebut wakil-wakil dari produsen, konsumen, lembaga ilmu pengetahuan & teknologi laboratorium penguji dan instansi terkait.





## Cara uji air minum dalam kemasan

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan cara uji untuk air minum dalam kemasan.

### 2 Cara uji

#### 2.1 Persiapan contoh

Homogenkan contoh dengan cara mengocok, membolak-balikkan kemasan ke atas dan ke bawah

#### 2.2 Keadaan

##### 2.2.1 Bau dan rasa

###### 2.2.1.1 Prinsip

Tidak menunjukkan bau dan rasa yang tidak normal.

###### 2.2.1.2 Cara kerja

Diuji secara organoleptik

##### 2.2.2 Warna

###### 2.2.2.1 Prinsip

Pemeriksaan warna ditentukan dengan membandingkan warna contoh dengan larutan standar warna yang dilakukan dalam metode ini dengan larutan platina kobalt (Pt-Co).

###### 2.2.2.2 Peralatan

- tabung nesler 50 ml;
- gelas ukur 100 ml;
- buret 10 ml, terkalibrasi;
- labu ukur 50 ml, terkalibrasi;
- labu erlenmeyer 100 ml.

###### 2.2.2.3 Pereaksi

Larutan standar

Larutkan 1,246 g kalium kloroplatinat,  $K_2PtCl_6$  (ekuivalen dengan 500 mg logam platina) dan 1,00 g kobalt klorida,  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  (ekuivalen dengan 250 mg kobalt) dalam air suling dan 100 ml HCl pekat, encerkan menjadi 1000 ml dengan air suling. Larutan standar tersebut mempunyai skala warna 500 unit.

###### 2.2.2.4 Persiapan contoh

- a. Contoh uji disaring dengan kertas saring berpori  $0,45 \mu m$ , dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer.



b. Contoh siap diuji.

#### 2.2.2.5 Cara kerja

Bandingkan warna contoh dengan warna standar dalam tabung Nesler 50 ml dengan melihat vertikal lurus tabung yang diberi alas warna putih. Jika warna contoh lebih dari 70 unit, encerkan contoh dengan air suling dalam bagian yang diketahui sehingga volumenya 50 ml dan warna masuk ke dalam deret standar.

#### 2.2.2.6 Perhitungan

##### a) Perhitungan warna

$$\text{Unit kerja} = \frac{A \times 50}{B}$$

dengan keterangan:

A adalah perkiraan warna yang diencerkan;

B adalah volume contoh yang diencerkan, (ml).

Pelaporan hasil warna dalam setiap bilangan pembacaan dan catatan mengikuti tabel berikut:

**Tabel 1 Pencatatan hasil warna**

Nomor	Unit warna	Hasil yang dicatat
1	1 – 50	1
2	51 – 100	5
3	101 – 250	10
4	251 – 500	20

### 2.3 pH (metode elektrometri)

#### 2.3.1 Prinsip

Metode pengukuran pH secara elektrometri berdasarkan pengukuran aktivitas ion hidrogen dengan menggunakan metode pengukuran secara potentiometri dengan elektrode gelas hidrogen sebagai standar primer dan elektrode kalomel atom perak klorida sebagai pembanding.

#### 2.3.2 Peralatan

- pH meter;
- elektroda gelas;
- elektroda pembanding;
- pengaduk magnetik;
- gelas piala 250 ml.

#### 2.3.3 Pereaksi

- Larutan standar pH;
  - Larutan bufer 4
  - Larutan bufer 7



- Larutan bufer 9
- Air suling.

#### 2.3.4 Cara kerja

- Kalibrasikan alat dengan larutan bufer setiap kali akan melakukan pengukuran;
- Pengukuran contoh: celupkan elektroda yang telah dibersihkan dengan air suling ke dalam contoh yang akan diukur pH-nya. Catat dan baca nilai pH.

### 2.4 Kekeruhan (metode nephelometri)

#### 2.4.1 Prinsip

Membandingkan intensitas cahaya dari contoh dengan intensitas cahaya dari suspensi standar pada kondisi tertentu.

#### 2.4.2 Peralatan

- turbidimeter (nephelometer);
- tabung nephelometer;
- labu ukur 100 ml, terkalibrasi;
- neraca analitik, terkalibrasi;
- pipet 5 ml dan 10 ml terkalibrasi.

#### 2.4.3 Pereaksi

- Larutan baku kekeruhan (larutan I);  
Larutkan 1,0 g hidrazin sulfat  $(\text{NH}_2)_2\text{H}_2\text{SO}_4$  dalam air, kemudian encerkan sampai 100 ml dalam labu ukur.
- Larutan II;
- Larutkan 10,0 g heksametilen tetramin  $(\text{CH}_2)_6\text{O}_4$  di dalam air suling, kemudian encerkan sampai 100 ml dalam labu ukur.
- Larutan standar primer 4000 NTU;
- Campurkan 5,0 ml larutan I dengan 5,0 ml larutan II kedalam Erlenmeyer. Biarkan selama 24 jam pada suhu  $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$ . Hasil larutan ini adalah suspensi 4000 NTU.
- Suspensi kekeruhan;
- Encerkan suspensi standar encer kekeruhan primer 4000 NTU dengan air bebas kekeruhan. Suspensi ini pada waktu dipakai dalam keadaan segar dan buang setelah dipakai.
- Standar sekunder adalah standar buatan manufaktur atau organisasi pengujian independen yang telah bersertifikat yang akan memberikan hasil kalibrasi instrumen yang sama dengan hasil kalibrasi instrumen yang dikalibrasi dengan standar primer seperti formazin yang disiapkan oleh analis (definisi).
- Air bebas kekeruhan;
- Air suling yang sudah mengalami 2 kali penyulingan dan penyaringan melalui kertas berpori  $0,45 \mu\text{m}$ .

#### 2.4.4 Cara kerja

- Kalibrasi alat;  
Kalibrasi alat nephelometer dengan beberapa standar kekeruhan.
- Kocok contoh dengan sempurna, diamkan sampai gelembung udara hilang, kemudian tuangkan contoh ke dalam tabung nephelometer;



- c) Baca nilai kekeruhan pada skala alat tersebut. Untuk contoh yang derajat kekeruhan > 40 NTU, maka cuplikan diencerkan dengan air bebas kekeruhan sampai mencapai kekeruhan 30 NTU - 40 NTU.

#### 2.4.5 Pelaporan hasil

**Tabel 2 Pelaporan hasil pembacaan**

No.	Jarak kekeruhan NTU	Pelaporan paling mendekati NTU
1.	0 - 1,0	0,05
2.	1 - 10	0,1
3.	10 - 40	1
4.	40 - 400	10
5	400 - 1000	50
6.	>1000	100

### 2.5 Zat yang terlarut (metode gravimetri)

#### 2.5.1 Prinsip

Contoh yang sudah diaduk sempurna, diuapkan, ditimbang dan dikeringkan sampai bobot tetap dalam oven pada suhu 103°C-105°C. Penambahan bobot dalam pinggan menunjukkan jumlah zat yang terlarut.

#### 2.5.2 Peralatan

- pinggan penguap dengan kapasitas 100 ml yang terbuat dari porselin;
- penangas air, terkalibrasi;
- desikator yang berisi silika gel, terkalibrasi;
- oven, terkalibrasi;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg terkalibrasi;
- pengaduk magnetik, terkalibrasi;
- pipet 50 ml terkalibrasi.

#### 2.5.3 Cara kerja

- a) Panaskan pinggan penguap bersih pada suhu 103°C - 105°C selama 1 jam pada oven, dinginkan dalam desikator, kemudian ditimbang sampai bobot tetap;
- b) Pipet sebanyak 50 ml contoh yang telah diaduk dan disaring dengan kertas saring berpori 0,45 µm, pindahkan ke dalam pinggan yang telah ditimbang terlebih dahulu dan uapkan sampai kering di atas penangas atau di dalam oven pengering. Bila menggunakan oven pengering turunkan suhu 2°C di bawah titik didih untuk menghindari pemercikan.  
Masukkan contoh yang telah dikeringkan ke dalam oven pada suhu 103°C - 105°C selama 1 jam, dinginkan pinggan dalam desikator dan selanjutnya ditimbang. Ulangi pengerjaan tersebut sampai diperoleh bobot tetap atau perubahan berat tidak lebih dari 4% berat sebelumnya atau 0,5 mg. Pengerjaan duplo tidak lebih dari 5%.



## 2.5 4 Perhitungan

$$\text{Zat terlarut mg/l} = \frac{(A - B) \times 1000}{V}$$

dengan keterangan:

A adalah berat sisa kering + piringan (mg);

B adalah berat piringan kosong (mg);

V adalah volume contoh (ml).

## 2.6 Zat organik (angka $\text{KMnO}_4$ )

### 2.6.1 Metode titrimetri

#### 2.6.1.1 Prinsip

Zat organik di dalam air dioksidasikan dengan  $\text{KMnO}_4$  direduksi oleh asam oksalat. Kelebihan asam oksalat dititrasi kembali dengan  $\text{KMnO}_4$ .

#### 2.6.1.2 Peralatan

- pemanas listrik yang dilengkapi dengan pengatur suhu;
- pengatur waktu;
- buret dengan ketelitian 0,01 ml atau buret 25 ml dengan ketelitian 0,05 ml terkalibrasi;
- labu erlenmeyer 300 ml;
- labu ukur 100 ml dan 1000 ml, terkalibrasi;
- gelas ukur 100 ml;
- pipet volume 10 ml, terkalibrasi;
- gelas piala 1000 ml.

#### 2.6.1.3 Pereaksi

- Larutan asam sulfat  $\text{H}_2\text{SO}_4$  8N bebas zat organik ;  
Ukur 222 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan masukkan ke dalam 500 ml air suling dalam gelas piala 1000 ml, tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis. Tambahkan beberapa tetes larutan  $\text{KMnO}_4$  0,01N sampai terjadi warna merah muda. Panaskan  $80^\circ\text{C}$  selama 10 menit, pertahankan warna larutan dengan cara menambahkan larutan ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,01 N tetes demi tetes selama pemanasan.
- Larutan baku asam oksalat  $(\text{COOH})_2$  0,01N;  
Larutkan 6,3020 g asam oksalat  $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan 200 ml air suling di dalam labu ukur 1000 ml, tambahkan air suling sampai tepat tanda garis. Pipet 10 ml larutan asam oksalat tersebut diatas yang mempunyai normalitas 0,1 N ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis.
- Larutan induk kalium permanganat, ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,1 N;  
Larutkan 3,1600 g  $\text{KMnO}_4$  dengan 500 ml air suling dalam labu ukur 1000 ml tambahkan air suling sampai tepat tanda garis.
- Larutan baku kalium permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,01 N;  
Pipet 10 ml larutan baku kalium permanganat 0,1N dan masukan ke dalam labu ukur 100 ml. tambahkan air suling sampai tepat tanda garis.
- Penetapan normalitas larutan baku kalium permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,01N;
- Tetapkan normalisasi larutan baku kalium permanganat dengan tahapan sebagai berikut:
  - Ukur 100 ml air suling secara duplo dan masukan ke dalam labu Erlenmeyer 300 ml., panaskan hingga  $70^\circ\text{C}$



- Tambahkan 5 ml larutan sulfat 8 N bebas zat organik
- Tambahkan 10 ml larutan baku asam oksalat 0,01 N. Titrasi dengan larutan baku kalium permanganat sampai warna merah muda dan catat ml pemakaiannya.
- Apabila perbedaan pemakaian larutan baku kalium permanganat secara duplo lebih dari 0,1 ml, ulangi penetapan.
- Apabila kurang atau sama dengan 0,1 ml rata-ratakan hasilnya untuk perhitungan normalitas larutan baku kalium permanganat. Hitung normalitas larutan baku kalium permanganat menggunakan rumus:

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

dengan keterangan:

$V_1$  adalah volume larutan baku asam oksalat, (ml);

$N_1$  adalah normalitas larutan baku asam oksalat;

$V_2$  adalah volume larutan baku kalium permanganat yang dipergunakan untuk titrasi (ml);

$N_2$  adalah normalitas larutan baku kalium permanganat yang dicari.

#### 2.6.1.4 Persiapan contoh

- Kocok contoh uji dan ukur dengan teliti 100 ml secara duplo dan masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 300 ml;
- Contoh siap diuji.

#### 2.6.1.5 Cara kerja

- Ukur dengan teliti 100 ml contoh dan masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 300 ml;
- Tambahkan larutan baku kalium permanganat beberapa tetes ke dalam contoh hingga terjadi warna merah muda;
- Tambahkan 5 ml asam sulfat 8 N bebas zat organik;
- Masukkan beberapa butir batu didih;
- Panaskan diatas pemanas listrik yang telah dipanaskan pada suhu 103°C–105°C hingga mendidih selama 1 menit;
- Tambahkan 10 ml larutan baku kalium permanganat 0,01 N;
- Panaskan hingga mendidih selama 10 menit;
- Tambahkan 10 ml larutan baku asam oksalat 0,01 N;
- Titrasasi dengan larutan baku kalium permanganat hingga warna merah muda;
- Catat ml pemakaian larutan baku kalium permanganat ;
- Apabila pemakaian larutan baku kalium permanganat lebih dari 7 ml, ulangi pengujian dengan cara mengencerkan. contoh;  
Apabila perbedaan pemakaian larutan baku kalium permanganat secara duplo lebih dari 0,1 ml, ulangi pengujian, apabila kurang atau sama dengan 0,1 ml rata-ratakan hasilnya untuk perhitungan nilai kalium permanganat

#### 2.6.1.6 Perhitungan

Hitung nilai permanganat dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Mg/l (KmnO}_4\text{)} = \frac{\{(10 + a)b - (10 \times c) \times 31,6 \times 1000\}}{d}$$



dengan keterangan:

- a adalah larutan baku  $\text{KMnO}_4$  yang digunakan dalam titrasi (ml);
- b adalah normalitas larutan baku  $\text{KMnO}_4$  yang digunakan dalam titrasi;
- c adalah normalitas larutan asam oksalat;
- d adalah contoh yang digunakan (ml).

## 2.6.2 Metode spektrofotometri

### 2.6.2.1 Prinsip

Kandungan kalium permanganat yang berwarna merah, langsung ditetapkan berdasarkan pengukuran absorben pada panjang gelombang 525 nm

### 2.6.2.2 Peralatan

- spektrofotometer pada panjang gelombang 525 nm dengan lebar celah 1 cm atau lebih, terkalibrasi;
- alat penyaring, millipore atau sejenis yang berpori 0,22  $\mu\text{m}$  tidak bereaksi dengan  $\text{KMnO}_4$ ;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg, terkalibrasi;
- labu ukur 100 ml dan 1000 ml, terkalibrasi.

### 2.6.2.3 Pereaksi

- Larutan kalsium klorida,  $\text{CaCl}_2$  1 M;  
Larutkan 111 g  $\text{CaCl}_2$  dengan air bebas  $\text{KMnO}_4$  dalam labu ukur 1000 ml, tepatkan sampai tanda garis.
- Asam sulfat  $\text{H}_2\text{SO}_4$  20 %;  
Tambahkan pelan-pelan 20 g  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pa, ke dalam 80 ml air bebas  $\text{KMnO}_4$ , setelah dingin tepatkan volumenya sampai 100 ml.
- Larutan natrium tio sulfat,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0,019 M;  
Larutkan 0,471 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dengan air suling bebas  $\text{KMnO}_4$  dalam labu ukur 100 ml tepatkan sampai tanda garis.
- Natrium oksalat  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , standar primer;
- Air suling bebas  $\text{KMnO}_4$ ;  
Tambahkan sedikit kristal  $\text{KMnO}_4$  ke dalam 1000 ml air suling, biarkan 1 sampai 2 hari. Distilasi kembali air tersebut, buang 50 mL hasil distilasi pertama. Tampung hasil distilasi, uji dengan penunjuk DPD, bila berwarna merah menunjukkan bebas  $\text{KMnO}_4$ ;
- Penunjuk DPD (N,N- dietil- phenilenediamine);  
Larutkan 1 g DPD sulfat atau 1,5 g DPD sulfat pentahidrat atau 1,1 g DPD sulfat anhidrat dalam air suling bebas klorin yang mengandung 8 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:3 jadikan 100 ml.
- Standar  $\text{KMnO}_4$  0,006 M;  
Larutkan 1,000 g  $\text{KMnO}_4$  dalam air, tepatkan sampai 1000 ml. Standardisasi larutan  $\text{KMnO}_4$  dengan cara:
- Timbang dengan teliti kira-kira 0,1 g standar  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  primer dan larutkan dengan 150 ml air suling bebas  $\text{KMnO}_4$  dalam Erlenmeyer 250 ml. Tambahkan 20 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  20 % dan panaskan sampai 80°C Titrasi larutan oksalat panas tersebut dengan standar  $\text{KMnO}_4$  sampai berwarna merah jambu (warna stabil selama 60 detik)  
Konsentrasi standar  $\text{KMnO}_4$  dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{mg KMnO}_4 = \frac{W \times 1000}{2,1197 \times V}$$



dengan keterangan:

W adalah berat  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (mg);

V adalah volume  $\text{KMnO}_4$  (ml).

#### 2.6.2.4 Cara kerja

- Siapkan larutan standar kalibrasi dengan mengencerkan larutan standar  $\text{KMnO}_4$  dengan konsentrasi 0,25 sampai 1,5 mg/l;
- Nolkan spektrofotometer pada panjang gelombang 525 nm dengan air suling bebas  $\text{KMnO}_4$ ;
- Jika contoh merupakan air lunak (contoh mengandung kesadahan  $\text{CaCO}_3 < 40$  mg/l, tambahkan 1 ml  $\text{CaCl}_2$  untuk 1 l contoh dan jika contoh mengandung suspensi saring contoh dengan kertas saring berpori 0,22  $\mu\text{m}$  dan periksa contoh dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 525 nm (pembacaan A) ;
- Ke dalam 100 ml contoh tambahkan 0,1 ml  $\text{CaCl}_2$  dan 0,1 ml larutan natrium tio sulfat per 1 mg  $\text{KMnO}_4$  berdasarkan (pembacaan A) ;
- Kerjakan larutan standar kalibrasi dan blanko seperti cara kerja bagian c. Periksa larutan standar kalibrasi, blanko dan contoh dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 525 nm.

#### 2.6.2.5 Perhitungan

- Koreksi Absorben = Absorben contoh – Absorben blanko.
- Hitung konsentrasi kalium permanganat dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi dalam mg  $\text{KMnO}_4$  /l.

### 2.7 Total organik karbon

#### 2.7.1 Prinsip

Karbon organik dioksidasi menjadi karbon dioksida ( $\text{CO}_2$ ) oleh persulfat dengan adanya sinar ultraviolet,  $\text{CO}_2$  yang dihasilkan diukur secara langsung dengan alat inframerah nondispersi, direduksi menjadi metana dan diukur dengan detektor nyala ion pembakaran (*flame ionization detector*).

#### 2.7.2 Peralatan

- alat analisis total organik karbon ;
- penyuntik mikro 0  $\mu\text{l}$  – 50  $\mu\text{l}$ , 0  $\mu\text{l}$  – 250  $\mu\text{l}$ , 0  $\mu\text{l}$  – 1 ml ;
- labu ukur 1000 ml terkalibrasi ;
- neraca analitik terkalibrasi ;
- gelas ukur 100 ml.

#### 2.7.3 Pereaksi

- Air untuk Pereaksi;  
Air yang digunakan untuk pereaksi, blanko dan larutan standar yaitu air yang mengandung TOC lebih kecil dari harga 2 x LDM (limit deteksi metoda).  
Penetapan LDM sebagai berikut:
  - Tambahkan kandungan analit ke dalam air untuk pereaksi dengan konsentrasi mendekati perkiraan LDM.
  - Tetapkan kandungan analitnya dengan mengikuti seluruh tahapan metode uji
  - Lakukan pengulangan sebaiknya minimal sebanyak 7 kali.
  - Hitunglah standar deviasinya dari pengulangan pengulangan tersebut.



- Asam fosfat ( $\text{H}_3\text{PO}_3$ ) atau asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ );
- Larutan baku karbon organik;
  - Larutkan 2,1254 g kalium biftalat anhidrat ( $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ ) dengan air untuk pereaksi dalam labu ukur 1000 ml sampai tepat tanda tera.
  - 1,0 ml = 1,00 mg karbon
  - Atau dapat menggunakan senyawa lain yang mempunyai kemurnian dan kestabilan yang cukup serta larut dalam air. Awetkan dengan menambahkan asam fosfat atau asam sulfat sampai  $\text{pH} \leq 2$ .
- Larutan baku karbon anorganik;
  - Larutkan 4,4122 g natrium karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) anhidrat dengan air untuk pereaksi dalam labu ukur 1000 ml, dan
  - Tambahkan 3,497 g natrium bikarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ) encerkan sampai tepat tanda tera 1,0 ml = 1,00 mg karbon.
- Gas pembawa;  
Oksigen murni atau udara bebas  $\text{CO}_2$  dan mengandung hidrokarbon (metana) kurang dari 1 ppm
- Gas pencuci;  
Gas apa saja yang bebas dari  $\text{CO}_2$  dan hidrokarbon.
- Larutan natrium peroksidisulfat 10 %;  
Larutkan 100 g natrium peroksidisulfat dalam air jadikan volumenya menjadi 1 l.
- Larutan amonium peroksidisulfat 15 %;  
Larutkan 150 g amonium peroksidisulfat dalam air jadikan volume menjadi 1 l.
- Larutan kalium peroksidisulfat 2 %;  
Larutkan 20 g kalium peroksidisulfat dalam air jadikan volumenya menjadi 1 l.

#### 2.7.4 Cara kerja

- a) Siapkan alat sesuai instruksi kerja alat;
- b) Penyiapan contoh;
  - Homogenkan contoh.
- c) Penetapan karbon organik terlarut:
  - Saring contoh dan air untuk blanko melalui saringan berpori 0,45  $\mu\text{m}$ .
  - Contoh siap diuji
- d) Penetapan NPOC (nonpergeable organic carbon);
  - Ukur 15 ml sampai 30 ml contoh ke dalam Erlenmeyer.
  - Asamkan sampai  $\text{pH} < 2$ .
  - Alirkan gas pencuci ke dalam contoh sesuai dengan instruksi kerja alat.
  - Contoh siap diuji.
- e) Injeksi contoh;
  - Ambil bagian contoh yang telah disiapkan dengan alat injeksi
  - Pilih ukuran/volume contoh sesuai dengan petunjuk dari manual alat.
  - Kocok contoh dengan pengaduk magnet, pilih jarum injeksi sesuai dengan ukuran partikel contoh.
  - Injeksikan contoh dan standar ke alat analisis sesuai dengan petunjuk alat dan catat respon yang terjadi
- f) Persiapan kurva standar;
  - Siapkan deret standar karbon organik dengan kisaran konsentrasi karbon organik di dalam contoh.
- g) Periksa larutan contoh, larutan standar dan blanko dengan alat TOC meter.



### 2.7.5 Perhitungan

- Koreksi puncak area standar dan contoh dengan mengurangi puncak area blanko air pereaksi.
- Plot kurva kalibrasi konsentrasi karbon standar dengan puncak area standar yang telah dikoreksi.
- Tetapkan karbon dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi.
- Untuk menetapkan TOC kurangi total karbon dengan karbon anorganik.

## 2.8 Nitrat (metode spektrofotometri)

### 2.8.1 Prinsip

Penambahan sejumlah larutan asam klorida ke dalam larutan yang mengandung ion nitrat menyebabkan perubahan pada spektrum absorben nitrat yang dapat diukur dengan Spektrofotometer ultraviolet pada panjang gelombang 220 nm dan 275 nm.

### 2.8.2 Peralatan

- spektrofotometer sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjang gelombang 190 nm-900 nm dan lebar celah 0,2 nm - 2 nm serta telah dikalibrasi;
- pipet volume 50 ml, terkalibrasi;
- labu ukur 50 ml, terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml, terkalibrasi.

### 2.8.3 Pereaksi

- Air bebas nitrat;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Larutan intermediet;  
Panaskan serbuk kalium nitrat,  $\text{KNO}_3$  dalam oven pada suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Larutkan 0,7218 g dalam air suling bebas nitrat encerkan hingga 1000 ml. 1 ml =  $100\text{ }\mu\text{g NO}_3 - \text{N}$ . Pengawetan: tambahkan 2 ml  $\text{CHCl}_3$ , larutan ini stabil selama 6 bulan.
- Larutan baku nitrat;  
Encerkan 100 ml larutan baku nitrat menjadi 1000 ml dengan air suling. 1 ml =  $10\text{ }\mu\text{g NO}_3 - \text{N}$ . Pengawetan: tambahkan 2ml  $\text{CHCl}_3$ , larutan ini stabil selama 6 bulan.
- Larutan HCl 1N.

### 2.8.4 Cara kerja

- Pembuatan kurva kalibrasi  
Buat larutan standar kalibrasi nitrat dengan kepekatan 1; 2; 3; 4; dan 5 mg  $\text{NO}_3\text{-N/l}$  dengan cara pipet masing-masing 5; 10; 15; 20; dan 25 ml larutan baku nitrat ke dalam labu ukur 50 ml. Impitkan volumenya sampai tanda tera dengan air suling bebas nitrat;
- Pipet contoh 50 ml dan masukkan ke dalam Erlenmeyer 100 ml;
- Tambahkan 1 ml HCl 1 N ke dalam larutan standar dan contoh;
- Periksa contoh dan standar pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 220 nm dan 275 nm.

### 2.8.5 Perhitungan

- Kurangi pembacaan absorben standar dan contoh dari panjang gelombang 220 nm dengan panjang gelombang 275 nm.
- Buatlah kurva kalibrasi konsentrasi dan absorben standar hasil pengurangan.



- c) Hitung konsentrasi contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier. Dari hasil pengurangan absorben pada panjang gelombang 220 nm dan 275 nm.

## 2.9 Nitrit (metode spektrofotometri)

### 2.9.1 Prinsip

Prinsip pengukuran kadar nitrit adalah berdasarkan pembentukan warna kemerah-merahan yang terjadi bila mereaksikan nitrit dengan asam sulfanilat dan N-(1-naftil etilen diamin dihidroklorida) pada pH 2,0 sampai pH 5,2.

### 2.9.2 Peralatan

- spektrofotometer sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjang gelombang 190 nm-900 nm dan lebar celah 0,2 nm - 2 nm serta telah dikalibrasi;
- pemanas listrik yang dilengkapi dengan pengatur suhu;
- pipet mikro ukuran 0,25; 0,50 dan 1,00 ml, terkalibrasi;
- buret 50 ml, terkalibrasi;
- labu ukur 100 ml dan 1000 ml, terkalibrasi;
- gelas ukur 50 ml;
- pipet ukur 10 ml dan 50 ml, terkalibrasi;
- labu erlenmeyer 100 ml;
- gelas piala 500 ml.

### 2.9.3 Pereaksi

- Larutan baku 250 mg  $\text{NO}_2^- - \text{N/l}$ ;  
Larutkan 1,232 g natrium nitrit,  $\text{NaNO}_2$ , dengan air suling 100 ml di dalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan 1 ml kloroform sebagai pengawet dan tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis.
- Larutan asam sulfanilat;  
Larutkan 5,0 g sulfanilamid dengan campuran 50 mL HCl pekat dan 300 ml air suling di dalam gelas piala 500 ml. Encerkan dengan air suling sehingga volumenya menjadi 500 ml
- Larutan naftil etilendiamin dihidroklorida;  
Larutkan 500 mg N-(1-naftil etilendiamin dihidroklorida) dengan 100 ml air suling di dalam gelas piala 500 ml. Encerkan dengan air suling sehingga volumenya menjadi 500 ml, simpan di dalam botol berwarna gelap dan larutan ini harus diganti setiap bulan atau bila warna larutan menjadi coklat tua.
- Larutan asam klorida, HCl, 1 : 3;  
Tambahkan 50 ml HCl pekat ke dalam gelas piala 250 ml yang berisi 150 ml air suling.
- Larutan natrium oksalat,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , 0,05 N;  
Larutkan 3,350 g kristal natrium oksalat dengan 100 ml air suling di dalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis
- Larutan fero amonium sulfat;  
Larutkan 19,607 g fero amonium sulfat dan 20 ml asam sulfat pekat ke dalam labu ukur 1000 ml yang berisi 100 ml air suling. Tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis.
- Larutan standar kalium permanganat 0,05 N;  
Larutkan 8,0 g  $\text{KMnO}_4$  dalam 1 l air suling, simpan dalam botol berwarna coklat biarkan selama 7 hari.
- Tetapkan molaritas  $\text{KMnO}_4$  dengan cara :



Timbang 100 sampai 200 mg  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , anhidrat ke dalam gelas piala tambahkan 100 ml air suling aduk sampai larut, tambahkan 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 : 1, panaskan gelas piala pada suhu  $90^\circ\text{C}$  sampai  $95^\circ\text{C}$ . Segera titar dengan  $\text{KMnO}_4$  yang akan ditetapkan sampai terjadi warna merah jambu terang. Pada waktu penitaran, pertahankan suhu pada  $85^\circ\text{C}$ . Jika perlu panaskan gelas piala selama penitaran. Kerjakan penetapan blanko seperti di atas dengan memakai air suling dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1.

Perhitungan:

$$\text{Molaritas } \text{KMnO}_4 = \frac{g \times \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(A - B) \times 0,33505}$$

dengan keterangan:

A adalah volume larutan  $\text{KMnO}_4$  yang digunakan untuk titrasi  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (ml);

B adalah volume larutan  $\text{KMnO}_4$  yang digunakan untuk titrasi blanko (ml).

- Air suling bebas nitrit;  
Masukkan satu butir kristal kecil kalium permanganat dan barium hidroksida atau kalsium hidroksida ke dalam labu penyuling 1000 ml yang berisi 500 ml air suling. Lakukan penyulingan dan buang 50 ml air suling yang pertama dan tampung air yang berikutnya.

#### 2.9.4 Cara kerja

- a) Penetapan kadar larutan baku nitrit;  
Pipet 50 ml larutan baku nitrit, 50 ml larutan  $\text{KMnO}_4$  0,05 M, dan 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a dan masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml. Kocok dan panaskan di atas pemanas listrik pada suhu  $70^\circ\text{C}$  -  $80^\circ\text{C}$ , hilangkan warna  $\text{KMnO}_4$  dengan penambahan 10 ml larutan natrium oksalat 0,05 M. Titrasi kelebihan natrium oksalat dengan larutan kalium permanganat 0,05 M sampai terbentuk sedikit warna merah muda dan catat pemakaian larutan kalium permanganat yang diperlukan. Lakukan hal yang sama terhadap air suling bebas nitrit yaitu langkah seperti cara diatas dengan mengganti larutan baku dengan air suling. Bila pembakuan dilakukan dengan larutan fero-amonium-sulfat menggantikan natrium oksalat, maka tidak dilakukan pemanasan akan tetapi proses reaksi antara kalium permanganat dan fero amonium sulfat dibiarkan selama 5 menit sebelum dititrasi dengan kalium permanganat.  
Perhitungan kadar nitrit dalam larutan induk adalah sebagai berikut:

$$A = \frac{\{(B \times C) - (D \times E)\} \times 7}{F}$$

dengan keterangan:

A adalah mg  $\text{NO}_2^-$ - N/ml dalam larutan induk  $\text{NaNO}_2$  ;

B adalah volume  $\text{KMnO}_4$  yang digunakan (ml);

C adalah normalitas larutan  $\text{KMnO}_4$ ;

D adalah volume fero amonium sulfat atau natrium oksalat yang ditambahkan (ml);

E adalah normalitas larutan fero amonium sulfat atau natrium oksalat;

F adalah volume larutan baku  $\text{NaNO}_2$  yang digunakan untuk titrasi(ml).

- b) Pembuatan larutan standar baku nitrit,  $\text{NO}_2$ -N;  
Pipet larutan induk nitrit yang telah ditetapkan kadarnya ke dalam labu ukur 100 ml untuk memperoleh kadar nitrit sebesar 0,05; 0,10; 0,25; dan 0,50 mg/l. Tambahkan air suling bebas nitrit sampai tepat pada tanda tera.
- c) Pipet 50 ml contoh ke dalam labu Erlenmeyer 100 ml;



- d) Ke dalam larutan standar dan contoh tambahkan 1 ml asam sulfanilat. Biarkan larutan tersebut bereaksi selama 2-8 menit. Tambahkan 1 ml larutan naftil etilendiamin dihidroklorida, aduk dan biarkan paling sedikit 10 menit, tetapi tidak lebih dari 2 jam. Masukkan ke dalam kuvet spektrofotometer dan absorbennya.

### 2.9.5 Perhitungan

Hitung kadar  $\text{NO}_2\text{-N}$  dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

## 2.10 Amonium (metode spektrofotometri)

### 2.10.1 Prinsip

Fenol alkali dan hipoklorit beraksi dengan amonia membentuk biru indo fenol yang merupakan kandungan konsentrasi amonia. Warna biru terbentuk secara cepat dengan natrium nitro prusida.

### 2.10.2 Peralatan

- spektrofotometer dengan lebar celah kuvet 1,0 cm pada panjang gelombang 640 nm terkalibrasi;
- labu ukur 25 ml, 100 ml, 1000 ml terkalibrasi;
- oven pada  $100^\circ\text{C}$  terkalibrasi;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg terkalibrasi;
- pipet mikro 1 ml, 5 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- erlenmeyer 50 ml asah bertutup plastik.

### 2.10.3 Pereaksi

- Air suling bebas ammonia;  
Tambahkan 0,1 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a ke dalam 1 l air suling, kemudian lakukan penyulingan kembali. Simpan dalam botol gelas dan tambahkan resin kation asam.
- Larutan fenol ;  
Campurkan 11,1 ml fenol cair ( $\geq 89\%$ ) dengan etanol jadikan 100 ml.  
Peringatan: gunakan sarung tangan dan pelindung mata dan kerjakan di tempat ventilasi yang baik.
- Larutan natrium nitro prusida 0,5 % b/v;  
Larutkan 0,5 g natrium nitroprusida dalam 100 ml air suling.
- Larutan sitrat alkali;  
Larutkan 200 g tri natrium sitrat dan 10 g natrium hidroksida dalam air suling, jadikan 1000 ml dengan air suling.
- Larutan natrium hipoklorit ;
- Larutan komersial sekitar 5 %;
- Larutan pengoksidasi;  
Campurkan 100 ml larutan sitrat alkali dengan 25 ml larutan natrium hipoklorid. Siapkan secara segar.
- Larutan baku amonium;  
Larutkan 3,819 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  anhidrat (yang telah dikeringkan pada  $100^\circ\text{C}$ ) dengan air suling dalam labu ukur; 1000 ml dan tepatkan sampai tanda tera.  
 $1,00\text{ ml} = 1,00\text{ mg N} = 1,22\text{ mg NH}_3$ .
- Larutan standar amonium;  
Siapkan larutan kurva kalibrasi dari larutan baku amonia dalam kisaran konsentrasi amonia dalam contoh



#### 2.10.4 Persiapan contoh

Hilangkan residu klorin dari contoh dengan menambahkan 0,1 g  $\text{NaAsO}_2/\text{l}$ .

#### 2.10.5 Cara kerja

- a) Pipet 25 ml contoh dan masukan ke dalam Erlenmeyer 50 ml tambahkan sambil langsung dikocok tiap masing-masing penambahan 1 ml larutan fenol, 1 ml larutan natrium nitro prusida dan 2,5 ml larutan pengoksidasi;
- a) Tutup contoh dengan tutup plastik biarkan warna timbul dalam suhu kamar ( $22\text{ }^{\circ}\text{C}$  sampai  $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) yang terlindung dari cahaya minimal 1 jam. warna stabil dalam 24 jam;
- b) Ukur absorben pada panjang gelombang 640 nm.

#### 2.10.6 Perhitungan

Hitung kadar nitrogen-amonia ( $\text{N-NH}_3$ ) dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

### 2.11 Sulfat (metode spektrofotometri)

#### 2.11.1 Prinsip

Ion sulfat akan diendapkan dalam suasana asam dengan barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) membentuk kristal barium sulfat ( $\text{BaSO}_4$ ). Absorben dari suspensi  $\text{BaSO}_4$  diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm.

#### 2.11.2 Peralatan

- spektrofotometer sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjang gelombang 190 nm-900 nm dan lebar celah 0,2 nm - 2 nm serta telah dikalibrasi;
- pengaduk magnet yang dilengkapi pengatur kecepatan putar tetap;
- sendok kristal, 2 g – 3 g;
- pipet ukur 5; 10; 20; 25 dan 50 ml, terkalibrasi;
- labu ukur 200 ml dan 1000 ml, terkalibrasi;
- labu erlenmeyer 125 ml;
- gelas piala 600 ml.

#### 2.11.3 Pereaksi

- Larutan bufer A;  
Larutkan 30 g magnesium klorida  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ; 5 g natrium asetat,  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ; 1,0 g kalium nitrat,  $\text{KNO}_3$ ; dan 20 ml asam asetat,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (99%) dalam 500 ml air suling dan jadikan 1000 ml dengan air suling.
- Larutan bufer B (dipakai bila konsentrasi sulfat  $\text{SO}_4$  dalam contoh kurang dari 10 mg/l);  
Larutkan 30 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ; 5 g  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ; 1,0 g  $\text{KNO}_3$ ; 0,111 g natrium sulfat.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan 20 ml asam asetat (99%) dalam 500 ml air suling dan jadikan 1000 ml.
- Kristal barium klorida,  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kristal 20 mesh - 30 mesh;
- Larutan baku sulfat 100 mg/l ;  
Larutkan 0,1479 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat dengan air suling dalam labu ukur 1000 ml dan tepatkan sampai tanda garis.
- Air suling yang mempunyai DHL 0,5  $\mu\text{mhos/cm}$  - 2,0  $\mu\text{mhos/cm}$ .



#### 2.11.4 Cara kerja

- Ukur dengan teliti 100 ml contoh atau bagian yang dijadikan 100 ml ke dalam Erlenmeyer 250 ml;
- Tambah 20 ml larutan bufer, aduk dengan alat pengaduk, sambil diaduk tambahkan 1 sendok spatula  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Mulai hitung waktu pengadukan selama 60 detik pada kecepatan tetap;
- Siapkan kurva standar dengan konsentrasi 0 - 40 mg/l dengan jarak standar 5 mg/l;
- Koreksi untuk contoh berwarna dan keruh dengan menyiapkan blanko tanpa penambahan  $\text{BaCl}_2$ .

#### 2.11.5 Perhitungan

Jika dipakai larutan bufer A tetapkan konsentrasi sulfat dalam contoh langsung dari kurva kalibrasi setelah absorben contoh dikurangi absorben contoh sebelum penambahan  $\text{BaCl}_2$ . Jika dipakai larutan bufer B kurangi konsentrasi sulfat dalam contoh dengan konsentrasi sulfat dalam blanko .

### 2.12 Klorida (metode titrasi)

#### 2.12.1 Pinsip

Dalam larutan netral atau sedikit alkali, kalium kromat ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) dapat menunjukkan titik akhir pada penitrasi klorida dengan perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ).

Perak klorida ( $\text{AgCl}$ ) diendapkan seluruhnya sebelum terbentuk perak kromat ( $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ) yang berwarna kuning kemerah-merahan.

#### 2.12.2 Peralatan

- buret, 50 ml berwarna coklat terkalibrasi;
- pipet 100 ml terkalibrasi;
- labu ukur 50, 1000 ml terkalibrasi;
- erlenmeyer 250 ml;
- gelas ukur 100 ml.

#### 2.12.3 Pereaksi

- Indikator kalium kromat,  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5%;  
Larutkan 50 g kalium kromat ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) dalam sedikit air. Tambahkan larutan perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) sampai terbentuk endapan merah. Biarkan 12 jam kemudian saring dan diencerkan dengan air suling menjadi 1 l.
- Larutan standar perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,01 N;  
Larutkan 2,395 g peraknitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) dalam air suling dan encerkan sampai volume 1000 ml. Standardisasi terhadap larutan  $\text{NaCl}$  0,0141 N, 1,00 ml larutan  $\text{AgNO}_3$  0,0141 N, setara dengan 0,500 mg  $\text{Cl}^-$ . Simpan larutan standar  $\text{AgNO}_3$  dalam botol berwarna coklat.
- Larutan standar natrium klorida,  $\text{NaCl}$  0,0141 N;  
Larutkan 824,0 mg  $\text{NaCl}$  yang sudah dikeringkan pada  $140^\circ\text{C}$  selama 1 jam, dalam air suling dan encerkan sampai 1000 ml. 1,00 ml setara dengan 0,500 mg  $\text{Cl}^-$ .
- Larutkan natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) 1N;  
Larutkan 40 g  $\text{NaOH}$  dalam air suling dan encerkan sampai 1 l.
- Indikator fenoftalein 1%;  
Timbang 1 g fenoftalein p.a. larutkan dengan alkohol 60% hingga 10 ml.
- Larutan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1 N;  
Ukur 28 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a, masukkan ke dalam 100 ml air suling di dalam labu ukur 1000 ml (awas akan timbul panas), kemudian tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis.



- Hidrogen peroksida  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%.

#### 2.12.4 Cara kerja

- Ukur dengan teliti 100 ml contoh yang mempunyai nilai pH 7-10, apabila contoh tidak berada dalam kisaran pH tersebut, tambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  N atau NaOH 1 N menjadi pH 7-10;
- Tambahkan 1 ml indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ;
- Titration dengan larutan standar perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) sampai timbul warna kuning kemerah-merahan;
- Lakukan titrasi blanko dengan mengukur dengan teliti 100 ml air suling dan selanjutnya kerjakan sama dengan perlakuan contoh;
- Lakukan pengerjaan duplo;
- Hitung kadar klorida ( $\text{Cl}^-$ ) dalam contoh.

#### 2.12.5 Perhitungan

$$\text{MgCl/l} = \frac{(A - B)N \times 35450}{V}$$

dengan:

A adalah volume  $\text{AgNO}_3$  yang dipakai penitrasi contoh (ml);

B adalah volume  $\text{AgNO}_3$  yang dipakai penitrasi blanko (ml);

N adalah normalitas  $\text{AgNO}_3$ ;

V adalah volume contoh (ml).

### 2.13 Fluorida (metode spektrofotometri)

#### 2.13.1 Prinsip

Metode spektrofotometri SPADNS berdasarkan reaksi fluorida dan penyerapan warna zirkonium. Fluorida bereaksi dengan penyerapan warna zirkonium membentuk anion kompleks yang tidak berwarna  $\text{ZrF}_6^{2-}$ .

#### 2.13.2 Peralatan

- Spektrofotometer sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjang gelombang 190 nm - 900 nm dan lebar celah 0,2 nm – 2 nm serta telah dikalibrasi;
- Pipet 5 ml, 10 ml dan 50 ml terkalibrasi;
- Labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml, terkalibrasi;
- Buret 25 ml, terkalibrasi;
- Labu Erlenmeyer asah 100 ml;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg, terkalibrasi.

#### 2.13.3 Pereaksi

- Larutan baku fluoride;  
Larutkan 221,0 mg natrium fluoride anhidrat NaF dengan air suling di dalam labu ukur 1000 ml dan encerkan dengan tepat tanda tera.
- Larutan SPADNS (sodium 2-parasulfofenylazo 20-1,8-dihidroxy-3,6-naftalene disulfanat);
- Larutan asam zirkonil;  
Timbang 133 mg zirkonil klorida oktahidrat,  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  dan larutkan dalam 25 ml air suling. Tambahkan 350 ml HCl pekat dan encerkan dengan air suling sampai 500 ml;



- Larutan pembanding;  
Tambahkan 10 ml larutan SPADNS ke dalam 100 ml air suling dan tambahkan 10 ml air suling yang mengandung 7 ml HCl pekat. Larutan ini digunakan untuk mengenalkan spektrofotometer;
- Larutan natrium arsenit ( $\text{NaAsO}_2$ );  
Larutkan 5,0 g  $\text{NaAsO}_2$  dengan air suling dan encerkan hingga 1000 ml.

#### 2.13.4 Persiapan contoh

- a) Pipet 50 ml contoh uji secara duplo dan masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 100 ml;
- a) Apabila contoh uji keruh, saring contoh uji dengan saringan membran berpori  $0,45 \mu\text{m}$ ;
- b) Apabila contoh uji mengandung klorin tambahkan satu tetes larutan natrium arsenit, setiap contoh uji mengandung 0,1 mg/l klorin;
- c) Contoh siap diuji.

#### 2.13.5 Cara kerja

- a) Pembuatan kurva kalibrasi;  
Siapkan standar fluorida dengan kepekatan 0 - 1,40 mg/l fluorida. Pipet 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 dan 6 ml larutan standar masukkan ke dalam labu 50 ml, tepatkan sampai tanda tera dengan air suling dan kocok sampai serba sama
- b) Pipet 50 ml contoh ke dalam Erlenmyer asah 100 ml;
- c) Tambahkan 5 ml larutan SPADNS dan 5 ml asam zirkonil klorida atau 10 ml larutan campuran SPADNS dan asam zirkonil klorida. Kocok sampai serba sama;
- d) Baca absorben larutan standar dan contoh pada alat spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm.

#### 2.13.6 Perhitungan

Hitung kadar fluorida di dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

### 2.14 Sianida (metode spektrofotometri)

#### 2.14.1 Prinsip

Sianida bebas diubah menjadi sianogen klorida ( $\text{CNCl}$ ) dengan penambahan kloramin T pada pH kurang dari 8, dan direaksikan dengan pereaksi asam barbiturat-piridin sehingga menghasilkan warna merah kebiru-biruan. Warna tersebut dibaca pada panjang gelombang 570 nm

#### 2.14.1 Peralatan

- spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm, lebar celah kuvet 10 mm, terkalibrasi;
- penangas air ;
- pH meter terkalibrasi;
- pengaduk magnetik;
- buret mikro 5 ml, skala terkecil 0,01 ml, terkalibrasi;
- corong pemisah, 500 ml;
- corong gelas;
- gelas piala, 250 ml;
- pipet 10 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml, terkalibrasi;
- labu ukur 50 ml, 100 ml, 250 ml, 1000 ml, terkalibrasi;
- pinggan porselin;



- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg, terkalibrasi.

#### 2.14.2 Pereaksi

- Larutan bufer fosfat 3 N;  
Larutkan 138 g natrium dihidrogen fosfat monohidrat ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) dengan air suling dalam labu ukur 1 l dan tepatkan sampai tanda tera. Simpan dalam lemari pendingin.
- Larutan kloramin-T;  
Larutkan 1,0 g serbuk kloramin T dengan air suling dalam labu ukur 100 ml, tepatkan volumenya, kocok dan simpan dalam lemari pendingin. Larutan stabil selama satu minggu.
- Larutan piridin-asam barbiturat;  
Timbang 15 g asam barbiturat-masukkan dalam labu ukur 250 ml, larutkan dengan air suling dan tambahkan 75 ml piridin. Tambahkan 15 ml HCl pekat dan larutan diencerkan hingga volume 250 ml.
- Larutan NaOH 0,04 M;  
Larutkan 1,6 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 1 l, tepatkan volumenya hingga tanda tera dengan penambahan air suling.
- Larutan baku sianida;  
Larutkan 2,5 g KCN dengan air suling dalam labu 1 l, tepatkan sampai tanda tera, kemudian kocok. Simpan dalam botol coklat yang tertutup. Tetapkan kadarnya seminggu sekali;
- Penetapan konsentrasi CN mint dari larutan standar;  
Pipet 10 ml larutan baku sianida ( $\pm 1000 \text{ mg/l}$ ) ke dalam Erlenmeyer (duplo) encerkan dengan larutan pengencer NaOH 0,04 M sampai volume  $\pm 100 \text{ ml}$ , untuk blanko gunakan larutan NaOH 0,04 M, tambahkan larutan indikator rodamina 1 ml, homogenkan. Titar dengan larutan standar- $\text{AgNO}_3$  sampai perubahan warna pertama dari kuning jernih menjadi coklat merah muda kekuning-kuningan, catat volume larutan standar  $\text{AgNO}_3$  yang dipakai.

#### Perhitungan

Konsentrasi CN dalam larutan baku dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{CN mg/l} = \frac{(A - B) \times 1000}{V \times 54 N}$$

dengan keterangan:

A adalah volume  $\text{AgNO}_3$  untuk titrasi baku sianida, (ml);

B adalah volume  $\text{AgNO}_3$  untuk titrasi blanko, (ml);

V adalah volume larutan baku sianida yang dititar, (ml);

N adalah normalitas larutan perak nitrat,  $\text{AgNO}_3$ .

- Indikator;  
Larutkan 20 mg p-dimethyl aminobenzalrhodamina dalam 100 ml aceton dalam gelas ukur 100 ml
- NaCl kristal;
- Larutan kalium khromat,  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5%;  
Larutkan 12,5 g  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  dengan air suling dalam gelas piala 250 ml. Tambahkan larutan  $\text{AgNO}_3$  sampai terbentuk endapan merah nyata, biarkan 12 jam, saring, tepatkan volumenya sampai 1 l dengan air suling.
- Larutan standar perak nitrat;
  - Larutkan 3,27 g  $\text{AgNO}_3$  dalam labu ukur 1 l dengan air suling, encerkan sampai tanda garis.
  - Tetapkan normalisasi sesuai dengan cara kerja sebagai berikut :



- Timbang 0,8240 g NaCl (yang telah dikeringkan pada 140°C, selama 2 jam), masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml, larutkan, encerkan dan tepatkan volumenya dengan air suling sampai ekuivalen (larutan NaCl ekuivalen dengan 0,0141 N).
- Pipet 10 ml larutan di atas ke dalam Erlenmeyer (duplo), encerkan dengan air suling hingga 100 ml, tambahkan 2 ml larutan indikator  $K_2CrO_4$  5%, kocok titar dengan larutan  $AgNO_3$  sampai terjadi perubahan warna, kecoklat-coklatan, catat volume  $AgNO_3$ .

Perhitungan:

Normalitas larutan  $AgNO_3$  dapat dihitung dengan rumus:

$$N_{AgNO_3} = \frac{(V_1 \times N_1)}{V_2 - V_b}$$

dengan keterangan:

$V_1$  adalah volume larutan NaCl, (ml);

$N_1$  adalah normalitas NaCl, (ml);

$V_2$  adalah volume larutan  $AgNO_3$ , (ml);

$V_b$  adalah volume larutan  $AgNO_3$  untuk blanko, (ml).

### 2.14.3 Cara kerja

- Pipet 20 ml contoh ke dalam labu ukur 50 ml;
- Larutan deret standar;  
Pipet 10 larutan baku sianida 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air suling hingga tanda garis (Larutan I). Pipet 10 ml larutan I ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air suling hingga tanda garis (larutan II). Pipet 10 ml larutan II ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air suling hingga tanda garis (Larutan III ekuivalen dengan 1 mg  $CN^-/l$ ).
- Larutan standar sianida 0,02 sampai 0,12 mg/l.  
Pipet 1; 2; 3; 4; 5; dan 6 ml larutan III ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan dengan NaOH 0,04 M sampai volume larutan  $\pm 35$  ml.
- Buat larutan blanko menggunakan 35 ml larutan NaOH 0,04 M;
- Tambahkan 2 ml larutan kloramin T ke dalam contoh, larutan standar dan blanko kemudian aduk, dan segera tambahkan 5 ml larutan piridin asam barbiturat, aduk lagi pelan-pelan. Encerkan dengan NaOH 0,04 M sampai tanda garis dan kocok. Biarkan selama 8 menit, ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm.

### 2.14.4 Perhitungan

Hitung kadar sianida dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier

$$CN \text{ mint mg/l} = \frac{A \times 50}{20}$$

dengan keterangan:

A adalah hasil pembacaan;

50 adalah volume akhir;

20 adalah volume contoh.



## 2.15 Besi (Fe)

### 2.15.1 Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Tungku karbon

#### 2.15.1.1 Prinsip

Analisis cemaran logam Fe dengan SSA menggunakan lampu katoda Fe berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Fe pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

#### 2.15.1.2 Peralatan

- SSA tungku karbon, terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml, terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.15.1.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam Nitrat  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk besi 1000 mg/l;
- Larutan baku besi 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan induk Fe 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Fe; 0  $\mu\text{g/l}$ ; 20  $\mu\text{g/l}$ ; 40  $\mu\text{g/l}$ ; 60  $\mu\text{g/l}$  dan 80  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,20 ml; 0,40 ml; 0,60 ml; 0,80 ml. Larutan baku Fe 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.15.1.4 Persiapan Contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai  $\text{pH} < 2$  dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai berimpit tanda garis.
- e) Contoh siap diuji.

#### 2.15.1.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan SSA tungku karbon.

#### 2.15.1.6 Perhitungan

Hitung kadar besi dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.



## 2.15.2 Metode *Inductively Coupled Plasma* (ICP)

### 2.15.2.1 Prinsip

Analisa cemaran logam Fe dengan ICP berdasarkan pada ionisasi persentasi yang tinggi dari atom yang dihasilkan oleh plasma yang bersuhu tinggi.

### 2.15.2.2 Peralatan

- ICP terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml, terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

### 2.15.2.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk besi 1000 mg/l;
- Larutan baku besi 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan induk Fe 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Fe; 0 mg; 0,15 mg/l; 0,30 mg/l; 0,45 mg/l dan 0,6 mg/l;  
Pipet masing-masing 0 ml; 1,5 ml; 3,0 ml; 4,5 ml; 6,00 ml larutan baku Fe 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

### 2.15.2.4 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai  $\text{pH} < 2$  dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis
- e) Contoh siap diuji

### 2.15.2.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan ICP.

### 2.15.2.6 Perhitungan

Hitung kadar besi dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.



## 2.16 Mangan

### 2.16.1 Metode SSA tungku karbon

#### 2.16.1.1 Prinsip

Analisis cemaran logam Mn dengan SSA menggunakan lampu katoda Mn berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Mn pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

#### 2.16.1.2 Peralatan

- SSA tungku karbon terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.16.1.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk mangan 1000 mg/l;
- Larutan baku mangan 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan induk Mn 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Mn ; 0  $\mu\text{g/l}$ ; 2,5  $\mu\text{g/l}$ ; 5,0  $\mu\text{g/l}$ ; 7,5  $\mu\text{g/l}$  dan 10  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,25 ml; 0,50 ml; 0,75 ml; dan 1,0 ml larutan baku Mn 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.16.1.4 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- b) Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a;
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  pekat dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml;
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai berimpit tanda garis;
- e) Contoh siap diuji.

#### 2.16.1.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan SSA tungku karbon.

#### 2.16.1.6 Perhitungan

Hitung kadar mangan dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.



## 2.16.2 Metode ICP

### 2.16.2.1 Prinsip

Analisa cemaran logam Mn dengan ICP berdasarkan pada ionisasi persentasi yang tinggi dari atom yang dihasilkan oleh plasma yang bersuhu tinggi.

### 2.16.2.2 Peralatan

- ICP terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

### 2.16.2.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk mangan 1000 mg/l;
- Larutan baku mangan 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan induk Mn 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l ) sampai tanda garis.
- Larutan standar Mn ; 0  $\mu\text{g/l}$ ; 50  $\mu\text{g/l}$ ; 100  $\mu\text{g/l}$ ; 150  $\mu\text{g/l}$  dan 200  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 1,25 ml; 2,50 ml; 3,75 ml; dan 5,0 ml larutan baku Mn 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

### 2.16.2.4 Persiapan contoh

- a. Saring larutan contoh 50 ml -100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$
- b. Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c. Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d. Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- e. Contoh siap diuji.

### 2.16.2.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan ICP.

### 2.16.2.6 Perhitungan

Hitung kadar mangan dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

Hasil pembacaan = kadar mangan (Mn)



## 2.17 Klor bebas (metode spektrofotometri)

### 2.17.1 Prinsip

Bila N, N-dietil-p-fenilendiamin (DPD) sebagai indikator dibubuhkan pada suatu larutan yang mengandung sisa klor aktif akan membentuk warna merah. Warna yang terjadi dibaca dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 515 nm.

### 2.17.2 Peralatan

- spektrofotometer dengan lebar celah 1,0 cm pada panjang gelombang 515 nm terkalibrasi;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 500 ml terkalibrasi;
- gelas piala 500 ml;
- gelas ukur 100 ml;
- pipet 50 ml terkalibrasi;
- botol kaca berwarna coklat.

### 2.17.3 Perekasi

- Larutan dapar fosfat;  
Larutkan 24 g natrium hidrogen fosfat anhidrat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) dan 46 gram Kalium dihidrogen fosfat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) dengan air suling lebih kurang 250 ml. Tambahkan 100 ml air suling yang mengandung 800 mg EDTA. Impitkan sampai 1 l dengan air suling. Bubuhkan 20 mg  $\text{HgCl}_2$  untuk mencegah tumbuhnya jamur.
- Larutan indikator DPD;  
Ke dalam labu ukur 500 ml yang berisi 200 ml air suling yang mengandung 4 ml 1:3  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan 100 mg EDTA, larutkan 0,5 g DPD oksalat atau 0,75 g DPD sulfat atau 0,55 g DPD sulfat anhidrat. Kemudian encerkan sampai 500 ml dengan air suling. Simpan dalam botol kaca berwarna coklat.
- Kalium Yodida Kristal;
- Larutan Kalium Yodida (KI);  
Larutkan 500 mg KI dan encerkan sampai 100 ml dengan air suling dingin yang telah dididihkan, simpan dalam botol kaca yang berwarna coklat.
- Larutan Natrium Arsenit ( $\text{NaAsO}_2$ );  
Larutkan 5,0 g  $\text{NaAsO}_2$  dengan air suling dan impitkan sampai 1 l.
- Larutan tio asetamida ( $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$ );  
Larutkan 250 mg  $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$  dengan 100 ml air suling. air bebas klorin (Clorin Demand freewater). Tambahkan klorin secukupnya ke dalam air suling yang telah mengalami destilasi sempurna, sehingga memberikan konsentrasi klor bebas 5 mg/l. Setelah disimpan selama 2 hari larutan ini sekurang-kurangnya mengandung 2 mg/l klor bebas. Untuk menghilangkan klor bebas yang kelebihan maka larutan disimpan dalam wadah yang terkena sinar matahari atau terkena iradiasi sinar lampu ultra violet. Setelah beberapa jam tambahkan KI ke dalam larutan dan ukur total klorin dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 515 nm.

### 2.17.4 Cara kerja

- a) Kalibrasi spektrofotometer dengan larutan klorin pada panjang gelombang 515 nm;
- b) Siapkan larutan klorin standar yang mempunyai konsentrasi 0,05 mg/l - 4,0 mg/l;
- c) Gunakan sejumlah contoh yang akan ditetapkan sesuai dengan kepekaan alat spektrofotometer;
- d) Tempatkan 0,5 ml larutan dapar fosfat dan beberapa tetes indikator DPD ke dalam tabung kuvet;
- e) Tambahkan 10 ml contoh dan kocok;



- f) Baca absorben pada 515 nm ;
- g) Pembacaan ini akan menunjukkan jumlah klorin bebas.

## 2.18 Kromium (Cr)

### 2.18.1 Metode SSA tungku karbon

#### 2.18.1.1 Prinsip

Analisis cemaran logam Cr dengan SSA menggunakan lampu katoda Cr berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Cr pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

#### 2.18.1.2 Peralatan

- SSA tungku karbon, terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml, terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.18.1.3 Pereaksi

- a) Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- b) Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- c) Larutan induk Cr 1000 mg/l;  
Larutkan baku Cr 10 mg/l.  
Pipet 1 ml larutan induk Cr 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  p.a. (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- d) Larutan standar Cr 0  $\mu\text{g}$ ; 10  $\mu\text{g}$ ; 20  $\mu\text{g}$ ; 30  $\mu\text{g}$  dan 40  $\mu\text{g}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,1 ml; 0,20 ml; 0,3ml; dan 0,4 ml larutan baku Cr 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.18.1.4 Persiapan contoh

- a. Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b. Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c. Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a, dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d. Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai berimpit tanda garis.
- e. Contoh siap diuji.

#### 2.18.1.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan SSA tungku karbon.



### 2.18.1.6 Perhitungan

Hitung kadar Cr dalam contoh dengan menggunakan kurva standar atau persamaan garis regresi linier. Kadar Kromium (Cr) = Hasil Pembacaan.

### 2.18.2 Metode ICP

#### 2.18.2.1 Prinsip

Analisa cemaran logam Cr dengan ICP berdasarkan pada ionisasi presentasi yang tertinggi dari atom yang dihasilkan oleh plasma yang bersuhu tinggi.

#### 2.18.2.2 Peralatan

- ICP terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml, dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu$ ml;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas air.

#### 2.18.2.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk Cr 1000 mg/l;  
Larutkan baku Cr 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan induk Cr 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  p.a. ( 1,5 ml /l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Cr 0 mg/l; 0,15 mg/l; 0,30 mg/l; 0,45 dan 0,60 mg/l. Pipet masing-masing 0 ml; 1,5 ml; 3,0 ml; 4,5ml; dan 6,0 ml larutan baku Cr 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  p.a. (1,5 ml.l) sampai tanda garis

#### 2.18.2.4 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu$ m.
- b) Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- e) Contoh siap diuji.

#### 2.18.2.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan ICP.



### 2.18.2.6 Perhitungan

Hitung kadar Cr dalam contoh dengan menggunakan kurva standar atau persamaan garis regresi linier. Kadar Kromium (Cr) = Hasil Pembacaan.

## 2.19 Barium (Ba)

### 2.19.1 Metode SSA tungku karbon

#### 2.19.1.1 Prinsip

Analisis cemaran logam Ba dengan SSA berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Ba pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

#### 2.19.1.2 Peralatan

- SSA tungku karbon, terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml, terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.19.1.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan Induk ,Ba 1000 mg/l;
- Larutan baku Ba, 10 mg/l;  
Pipet larutan induk Ba, 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Ba 0  $\mu\text{g}$  /l; 50  $\mu\text{g}$ /l; 100  $\mu\text{g}$  /l; 150  $\mu\text{g}$  /l; 200  $\mu\text{g}$  /l;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml. Larutan baku Ba 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.19.1.4 Persiapan contoh

- a. Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b. Asamkan contoh sampai  $\text{pH} < 2$  dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c. Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d. Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- e. Contoh siap diuji.

#### 2.19.1.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA tungku karbon.



### 2.19.1.6 Perhitungan

Hitung kadar barium dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

Hasil pembacaan = kadar barium (Ba).

### 2.19.2 Metode ICP

#### 2.19.2.1 Prinsip

Analisa cemaran logam Ba dengan ICP berdasarkan pada ionisasi presentasi yang tertinggi dari atom yang dihasilkan oleh plasma yang bersuhu tinggi.

#### 2.19.2.2 Peralatan

- ICP terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml, terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.19.2.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan Induk Ba 1000 mg/l;
- Larutan baku Ba 10 mg/l;  
Pipet larutan induk Ba, 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Ba 0  $\mu\text{g/l}$ ; 50  $\mu\text{g/l}$ ; 100  $\mu\text{g/l}$ ; 150  $\mu\text{g/l}$ ; 200  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml. Larutan baku Ba 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.19.2.4 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai  $\text{pH} < 2$  dengan  $\text{HNO}_3$  p.a
- a) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- b) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- c) Contoh siap diuji.

#### 2.19.2.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan ICP.



### 2.19.2.6 Perhitungan

Hitung kadar barium dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier. Hasil pembacaan = Kadar Barium (Ba)

## 2.20 Boron (B)

### 2.20.1 Metode Spektrofotometri

#### 2.20.1.1 Prinsip

Keberadaan Boron dalam larutan karmin atau karminik dalam asam sulfat pekat akan mengubah warna dari merah terang ke merah kebiru-biruan atau biru tergantung pada jumlah boron.

#### 2.20.1.2 Peralatan

- spektrofotometer dengan lebar celah 1,0 cm pada panjang gelombang 515 nm terkalibrasi;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg terkalibrasi;
- oven terkalibrasi;
- pipet mikro 1 ml sampai 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- gelas piala 250 ml dan 500 ml;
- penangas air;
- tabung reaksi 30 ml.

#### 2.20.1.3 Pereaksi

- Airsuling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asam klorida, HCl p.a.;
- Asam sulfat,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a.;
- Larutan karmin;
- Larutkan 920 mg karmin N.F.40 atau asam karminik dalam 1000 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a.
- Larutan induk boron;  
Larutkan 571,6 mg asam borat anhidrat,  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , dalam 500 ml air suling bebas logam dan diencerkan tepat 1000 ml dengan air suling bebas logam (1,00 ml = 100  $\mu\text{g}$  B).
- Larutan standar boron 0  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 1  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 2,5  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 5  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 7,5  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , dan 10  $\mu\text{g}/\text{ml}$ .  
Pipet masing-masing 0 ml, 1 ml, 2,5 ml, 5 ml, 7,5 ml, dan 10 ml larutan induk B ke dalam labu ukur 100 ml kemudian encerkan dengan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  p.a. (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.20.1.4 Persiapan contoh

- a) Pipet 2 ml setiap larutan standar dan contoh ke dalam masing-masing tabung reaksi 30 ml.
- b) Tambahkan 2 tetes HCl p.a., 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. secara hati-hati ke dalam setiap larutan standar dan contoh, masing-masing dikocok dan biarkan mencapai suhu ruang.
- c) Tambahkan 10 ml pereaksi karmin pada setiap perlakuan, kocok, dan biarkan 45 menit sampai 60 menit.
- d) Contoh siap diuji.



#### 2.20.1.5 Cara kerja

Periksa absorben larutan standar dan contoh dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 585 nm.

#### 2.20.1.6 Perhitungan

Hitung kadar boron (B) dalam contoh dengan menggunakan kurva standar atau persamaan garis regresi linier.

### 2.20.2 Metode ICP

#### 2.20.2.1 Prinsip

Analisis cemaran logam boron (B) dengan ICP berdasarkan pada ionisasi persentasi yang tinggi dari atom yang dihasilkan oleh plasma yang bersuhu tinggi.

#### 2.20.2.2 Peralatan

- ICP terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml, terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.20.2.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam Nitrat  $\text{HNO}_3$  p.a.;
- Larutan induk Boron 1000 mg/l;
- Larutan baku boron 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan induk boron 1000 mg/l ke dalam labu ukur 1000 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar boron: 0  $\mu\text{g/l}$ ; 20  $\mu\text{g/l}$ ; 40  $\mu\text{g/l}$ ; 60  $\mu\text{g/l}$ ; dan 80  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,20 ml; 0,40 ml; 0,60 ml dan 0,80 ml larutan baku Boron 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.20.2.4 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai  $\text{pH} < 2$  dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang telah diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- e) Contoh siap diuji.



### 2.20.2.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan ICP.

### 2.20.2.6 Perhitungan

Hitung kadar boron dalam contoh dengan menggunakan kurva standar atau persamaan garis regresi linier.

## 2.21 Selenium (Se)

### 2.21.1 Metode SSA tungku karbon

#### 2.21.1.1 Prinsip

Analisis cemaran logam Se dengan SSA menggunakan lampu katoda Se berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Se pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

#### 2.21.1.2 Peralatan

- SSA tungku karbon terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piipa 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.21.1.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  p.a.;
- Larutan induk Se 1000 mg/l;
- Larutan baku Se 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan baku Se 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan Standar Se: 0  $\mu\text{g/l}$ ; 25  $\mu\text{g/l}$ ; 50  $\mu\text{g/l}$ ; 75  $\mu\text{g/l}$ ; dan 100  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,25 ml; 0,50 ml; 0,75 ml; dan 1,00 ml larutan baku Se 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.21.1.4 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml -100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai  $\text{pH} < 2$  dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- e) Contoh siap diuji.



**2.21.1.5 Cara kerja**

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA tungku karbon.

**2.21.1.6 Perhitungan**

Hitung kadar Se dalam contoh dengan menggunakan kurva standar atau persamaan garis regresi linier. Kadar Selenium (Se) = Hasil Pembacaan.

**2.21.2 Metode SSA natrium borohidrid****2.21.2.1 Prinsip**

Analisis cemaran logam Se dengan SSA menggunakan lampu katoda Se berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Se pada tingkat energi dasar dengan atomisasi uap hidrid.

**2.21.2.2 Peralatan**

- SSA dan generator uap hidrid terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piipa 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

**2.21.2.3 Perekasi**

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  p.a.;
- Larutan induk Se 1000 mg/l;
- Larutan baku Se 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan baku Se 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan Standar Se: 0  $\mu\text{g/l}$ ; 25  $\mu\text{g/l}$ ; 50  $\mu\text{g/l}$ ; 75  $\mu\text{g/l}$ ; dan 100  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,25 ml; 0,50 ml; 0,75 ml; dan 1,00 ml larutan baku Se 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

**2.21.2.4 Persiapan contoh**

- a) Saring larutan contoh 50 ml - 100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai  $\text{pH} < 2$  dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- e) Contoh siap diuji.



### 2.21.2.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan spektrofotometer serapan atom. Generator uap hidrid.

### 2.21.2.6 Perhitungan

Hitung kadar Se dalam contoh dengan menggunakan kurva standar atau persamaan garis regresi linier.

## 2.22 Cemaran logam

### 2.22.1 Timbal (Pb) menggunakan Metode SAA tungku karbon

#### 2.22.1.1 Prinsip

Analisis cemaran logam Pb dengan SSA menggunakan lampu katoda Pb berdasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Pb pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

#### 2.22.1.2 Peralatan

- SSA tungku karbon, terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml, terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml, terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml, terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.22.1.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asamkan nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk Pb 1000 mg /l;
- Larutan baku Pb 10 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan baku Pb 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan Standar Pb; 0  $\mu\text{g/l}$ ; 10  $\mu\text{g/l}$  ; 40  $\mu\text{g/l}$  dan 80 $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,10 ml; 0,20 ml; 0,40 ml dan 0,80 ml larutan baku Pb 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.22.1.4 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai  $\text{pH} < 2$  dengan  $\text{HNO}_3$  p.a
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a.dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.



e) Contoh siap diuji.

#### **2.22.1.5 Cara kerja**

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA tungku karbon.

#### **2.22.1.6 Perhitungan**

Hitung kadar Pb dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

### **2.22.2 Tembaga (Cu)**

#### **2.22.2.1 Metode SAA tungku karbon**

##### **2.22.2.1.1 Prinsip**

Analisis cemaran logam Cu dengan SSA menggunakan lampu katoda Cu berdasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Cu pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

##### **2.22.2.1.2 Peralatan**

- SAA tungku karbon terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml, dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

##### **2.22.2.1.3 Pereaksi**

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a.;
- Larutan induk Cu 1000 mg/l;
- Larutan baku Cu 1 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan standar Cu 1000 ml/l ke dalam labu ukur 1000 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Cu; 0  $\mu\text{g/l}$ ; 5  $\mu\text{g/l}$ ; 10  $\mu\text{g/l}$ ; 15  $\mu\text{g/l}$  dan 20  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml dan 2 ml larutan baku Cu 1 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

##### **2.22.2.1.4 Persiapan contoh**

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml - 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.



e) Contoh siap diuji.

#### 2.22.2.1.5 Cara kerja.

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA tungku karbon.

#### 2.22.2.1.6 Perhitungan

Hitung kadar tembaga dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

### 2.22.2.2 Metode ICP

#### 2.22.2.2.1 Prinsip

Analisis cemaran logam Cu dengan ICP berdasarkan pada ionisasi persentasi yang tinggi dari atom yang dihasilkan oleh plasma bersuhu tinggi.

#### 2.22.2.2.2 Peralatan

- ICP terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml, dan 10 ml yang terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

#### 2.22.2.2.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asamkan nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk Cu 1000 mg/l;
- Larutan baku Cu 1 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan standar Cu 1000 ml/l ke dalam labu ukur 1000 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Cu; 0  $\mu\text{g}$ /50  $\mu\text{g}$ /l; 100  $\mu\text{g}$ /l ; 150  $\mu\text{g}$ /l dan 200  $\mu\text{g}$ /l ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 5 ml; 10 ml; 15 ml dan 20 ml larutan baku Cu 1 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

#### 2.22.2.2.4 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- b) Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- e) Contoh siap diuji



**2.22.2.2.5 Cara kerja**

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan ICP.

**2.22.2.2.6 Perhitungan**

Hitung kadar tembaga (Cu) dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

**2.22.3 Kadmium (Cd) dengan menggunakan Metode SSA tungku karbon****2.22.3.1 Prinsip**

Analisis cemaran logam kadmium (Cd) dengan SSA menggunakan lampu katoda Cd berdasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berbeda-beda pada tingkat tenaga dasar.

**2.22.3.2 Peralatan**

- SSA tungku karbon terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45µm;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas listrik.

**2.22.3.3 Pereaksi**

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asam nitrat, HNO<sub>3</sub> p.a;
- Larutan induk Cd 1000 mg /l;
- Larutan baku Cd 1 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan baku Cd 1000 ml/l kedalam labu ukur 1000 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung HNO<sub>3</sub> (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Cd; 0 µg/l; 2,5 µg/l ; 5 µg/l; 7,5 µg/l dan 10µg/l;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,25ml; 0,5 ml; 0,75 ml dan 1 ml larutan baku Cd 1 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung HNO<sub>3</sub> (1,5 ml/l) sampai tanda garis.

**2.22.3.4 Persiapan contoh**

- a) Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45 µm.
- b) Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan HNO<sub>3</sub> p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung HNO<sub>3</sub> (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- e) Contoh siap uji.



### 2.22.3.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan SSA tungku karbon.

### 2.22.3.6 Perhitungan

Hitung kadar Cd dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

## 2.22.4 Raksa (Hg) dengan menggunakan metode SSA secara uap dingin

### 2.22.4.1 Prinsip

Analisis logam Hg dengan SSA secara uap dingin menggunakan lampu katoda Hg berdasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh asam-asam yang berbeda-beda pada tingkat dasar.

### 2.22.4.2 Peralatan

- SSA dan generator hidrid terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- penangas air ;
- erlenmeyer.

### 2.22.4.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan.
- Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Asam sulfat  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a;
- Larutan kalium permanganat,  $\text{KMnO}_4$ , 5%;  
Larutkan 50 g  $\text{KMnO}_4$  dalam labu ukur 1 l dengan air suling, encerkan dan impitkan sampai tanda garis.
- Larutan kalium persulfat,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ , 5 %;  
Larutkan 50 g  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  dalam labu ukur 1 l dengan air suling, encerkan dan impitkan sampai tanda garis.
- Larutan Natrium klorida hidroksil-amin sulfat,  $(\text{NH}_2\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ .  
Larutkan 120 g  $\text{NaCl}$  dan 120 g  $(\text{NH}_2\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$  dalam labu ukur 1 l dengan air suling, encerkan sampai tanda garis.
- Larutan Natrium borohidrida  $\text{NaBH}_4$ ;  
Larutkan 8 g  $\text{NaBH}_4$  dengan 200 ml  $\text{NaOH}$  0,1 N, larutan ini harus segar.
- Larutan induk Hg 1000 mg/l;
- Larutan baku Hg 1 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan induk Hg 1000 mg/l ke dalam labu ukur 1000 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  ( 1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Hg.0  $\mu\text{g/l}$ ; 1  $\mu\text{g/l}$ ; 2  $\mu\text{g/l}$ ; 3  $\mu\text{g/l}$ ; 4  $\mu\text{g/l}$  dan 5  $\mu\text{g/l}$  ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml; 0,4 ml; dan 0,5 ml larutan baku Hg 1 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis. Larutan standar harus selalu segar.



**2.22.4.4 Cara kerja**

- Ukur dengan teliti 100 ml contoh dan air suling bebas logam sebagai blanko ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml.
- Tambahkan 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pa, 2,5 ml  $\text{HNO}_3$  dan 15 ml larutan  $\text{KMnO}_4$ , ke dalam contoh larutan standar dan blanko, biarkan paling sedikit 15 menit.
- Tambah 8 ml larutan  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  dan panaskan selama 2 jam dalam penangas air pada suhu  $95^\circ\text{C}$ .
- Dinginkan pada suhu ruang dan tambah 6 ml larutan  $(\text{NH}_2\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$  untuk mengurangi kelebihan permanganat.
- Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA.

**2.22.4.5 Perhitungan**

Hitung kadar raksa dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

**2.22. 5 Perak (Ag)****2.22.5.1 Metode SSA tungku karbon****2.22.5.1.1 Prinsip**

Analisis cemaran logam Ag dengan SSA tungku karbon menggunakan lampu katoda Ag berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Ag pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

**2.22.5.1.2 Peralatan**

- SAA tungku karbon terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran  $0,45\ \mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- pemanas listrik;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg terkalibrasi.

**2.22.5.1.3 Pereaksi**

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan .
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk perak 100 mg/l;  
Larutkan 0,1575 g perak nitrat  $\text{AgNO}_3$  dalam 100 ml air suling bebas logam tambah 10 ml  $\text{HNO}_3$  pa dan jadikan 1000 ml dengan air suling bebas logam.
- Larutan baku perak 1 mg/l ;  
Pipet 1 ml larutan baku perak 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l ) sampai tanda garis.
- Larutan standar Ag; 0  $\mu\text{g}$ ; 2,5  $\mu\text{g}$ ; 5,0  $\mu\text{g}$ ; 7,5  $\mu\text{g}$  dan 10  $\mu\text{g}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,25 ml; 0,50 ml; 0,75 ml; dan 1,00 ml larutan baku Ag 1 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.



#### 2.22.5.1.4 Persiapan contoh

- Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Contoh siap diuji.

#### 2.22.5.1.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA tungku karbon.

#### 2.22.5.1.6 Perhitungan

Hitung kadar logam Ag dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

### 2.22.5.2 Metode ICP

#### 2.22.5.2.1 Prinsip

Analisa cemaran logam Ag dengan ICP berdasarkan pada ionisasi persentasi yang tinggi dari atom yang dihasilkan oleh plasma yang bersuhu tinggi.

#### 2.22.5.2.2 Peralatan

- ICP terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml ;
- pemanas listrik;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg terkalibrasi.

#### 2.22.5.2.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan .
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a.;
- Larutan induk perak 100 mg/l;
- Larutkan 0,1575 g perak nitrat  $\text{AgNO}_3$  dalam 100 ml air suling bebas logam tambah 10 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan jadikan 1000 ml dengan air suling bebas logam .
- Larutan baku perak 1 mg/l ;  
Pipet 1 ml larutan induk perak 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Ag; 0  $\mu\text{g}$ ; 50  $\mu\text{g}$ ; 100  $\mu\text{g}$ ; 150  $\mu\text{g}$  dan 200  $\mu\text{g}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml; dan 2 ml larutan baku Ag 1 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.



**2.22.5.2.4 Persiapan contoh**

- Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Contoh siap diuji.

**2.22.5.2.5 Cara kerja**

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan ICP.

**2.22.5.2.6 Perhitungan**

Hitung kadar logam Ag dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

**2.22.6 Kobal (Co)****2.22.6.1 Metode SAA tungku karbon****2.22.6.1.1 Prinsip**

Analisis cemaran logam Co dengan SAA menggunakan lampu katoda Co berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Co pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

**2.22.6.1.2 Peralatan**

- SSA tungku karbon terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- pemanas listrik.

**2.22.6.1.3 Pereaksi**

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a.;
- Larutan induk kobal 1000 mg/l;
- Larutan baku kobal 10 mg/l ;  
Pipet 1 ml larutan baku kobal 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar kobal; 0  $\mu\text{g}$ ; 25  $\mu\text{g}$ ; 50  $\mu\text{g}$ ; 75  $\mu\text{g}$  dan 100  $\mu\text{g}$ ;
- Pipet masing - masing 0 ml; 0,25 ml; 0,50 ml; 0,75 ml; dan 1,00 ml larutan baku kobal 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.



**2.22.6.1.4 Persiapan contoh**

- Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan diatas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Contoh siap diuji.

**2.22.6.1.5 Cara kerja**

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA tungku karbon.

**2.22.6.1.6 Perhitungan**

Hitung kadar logam Co dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

**2.22.6.2 Metode ICP****2.22.6.2.1 Prinsip**

Analisa cemaran logam Co dengan ICP berdasarkan pada ionisasi persentasi yang tinggi dari atom yang dihasilkan oleh plasma yang bersuhu tinggi.

**2.22.6.2.2 Peralatan**

- ICP terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- pemanas listrik.

**2.22.6.2.3 Pereaksi**

- Air suling bebas logam;  
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan induk kobal 1000 ppm;
- Larutan baku kobal 10 mg/l;  
Pipet 1ml baku kobal 1000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml tambah air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Larutan standar Kobal; 0  $\mu\text{g}$ ; 50  $\mu\text{g}$ ; 100  $\mu\text{g}$ ; 150  $\mu\text{g}$  dan 200  $\mu\text{g}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml; dan 2,00 ml larutan baku Kobal 10 mg/l kedalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml.l) sampai tanda garis.



**2.22.6.2.4 Persiapan contoh**

- Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml - 20 ml.
- Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Contoh siap diuji.

**2.22.6.2.5 Cara kerja**

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan ICP.

**2.22.6.2.6 Perhitungan**

Hitung kadar logam Co dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

**2.23 Cemaran arsen (As)****2.23.1 Metode SAA tungku karbon****2.23.1.1 Prinsip**

Analisis cemaran As dengan SAA menggunakan lampu katoda As berdasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh asam-asam yang berbeda-beda pada tingkat dasar.

**2.23.1.2 Peralatan**

- SSA tungku karbon terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- pemanas listrik.

**2.23.1.3 Pereaksi**

- Air suling bebas logam;  
Air yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a.;
- Larutan induk arsen 1000 mg/l;
- Larutan baku arsen 1 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan baku arsen 1000 mg/l ke dalam labu ukur 1000 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. 5 ml encerkan dengan air suling bebas logam sampai tanda garis.
- Larutan standar arsen 2,5  $\mu\text{g/l}$ ; 5  $\mu\text{g/l}$ ; 7,5  $\mu\text{g/l}$ ; dan 10  $\mu\text{g/l}$ ;  
Pipet masing-masing 0 ml; 0,25 ml; 0,50 ml; 0,75 ml dan 1,00 ml larutan baku arsen 1 mg/l kedalam labu ukur 100 ml tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.



#### 2.23.1.4 Persiapan contoh

- Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ .
- Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan  $\text{HNO}_3$  p.a.
- Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml sampai 20 ml.
- Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Contoh siap diuji

#### 2.23.1.5 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA tungku karbon.

#### 2.23.1.6 Perhitungan

Hitung kadar cemaran As dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

### 2.23.2 Metode SSA secara Natrium Borohidrid

#### 2.23.2.1 Prinsip

Analisis cemaran As dengan SSA menggunakan lampu katoda As berdasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berbeda-beda pada tingkat dasar.

#### 2.23.2.2 Peralatan

- SSA dan generator uap hidrid terkalibrasi;
- pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml dan 100 ml terkalibrasi;
- tabung reaksi 20 ml;
- gelas piala 150 ml dan 500 ml;
- pemanas listrik.

#### 2.23.2.3 Pereaksi

- Air suling bebas logam ;  
Air yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  p.a;
- Larutan natrium borohidrida,  $\text{NaBH}_4$ .  
larutkan 8 g  $\text{NaBH}_4$  dengan 200 ml  $\text{NaOH}$  0,1 N, larutan ini harus segar.
- Larutan induk arsen 1000 mg/l;
- Larutan baku arsen 1 mg/l;  
Pipet 1 ml larutan baku arsen 1000 mg/l ke dalam labu ukur 1000 ml tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. encerkan dengan air suling bebas logam sampai tanda garis.
- Larutan standar arsen 2,5  $\mu\text{g/l}$  ; 5  $\mu\text{g/l}$ ; 7,5  $\mu\text{g/l}$ ; dan 10  $\mu\text{g/l}$ .
- Pipet masing-masing 0 ml; 0,25 ml; 0,50 ml; 0,75 ml dan 1,00 ml larutan baku arsen 1 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan air suling bebas logam yang mengandung  $\text{HNO}_3$  (1,5 ml/l) sampai tanda garis.



**2.23.2.4 Persiapan contoh**

- Saring larutan contoh 50 ml sampai 100 ml dengan menggunakan saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$
- Asamkan contoh sampai pH < 2 dengan HNO<sub>3</sub> p.a.
- Bila terjadi endapan, pipet 100 ml contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150ml tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a. dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 ml - 20 ml.
- Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 ml, dinginkan dan tambahkan air bebas logam yang mengandung HNO<sub>3</sub> (1,5 ml/l) sampai tanda garis.
- Contoh siap diuji.

**2.23.2.5 Cara kerja**

Periksa larutan standar dan contoh dengan menggunakan SSA generator uap hidrid.

**2.23.2.6 Perhitungan**

Hitung kadar cemaran As dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

**2.24 Cemaran mikroba****2.24.1 Angka lempeng total (metode penyaringan membran)****2.24.1.1 Prinsip**

Pertumbuhan bakteri mesofil aerob setelah contoh diinkubasikan dalam pembenihan yang sesuai selama 24 jam-48 jam pada suhu (35  $\pm$  1)°C.

**2.24.1.2 Peralatan**

- cawan petri dari gelas / plastik berdiameter 50 mm -60 mm ;
- pipet ukur 10 ml terkalibrasi ;
- penangas air (45  $\pm$  1)°C ;
- inkubator terkalibrasi ;
- alat penghitung koloni ;
- otoklaf terkalibrasi ;
- oven terkalibrasi ;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$  ;
- gelas ukur 100 ml .

**2.24.1.3 Pembenihan**

Plate Count Agar (PCA).

**2.24.1.4 Cara kerja**

- Pasang peralatan penyaring membran yang terdiri dari corong, membran penyaring dan penampung yang telah disterilkan lebih dahulu dan hubungkan dengan vakum sistem.
- Masukkan 100 ml contoh atau sejumlah yang diperlukan ke dalam corong dari alat penyaring dengan menggunakan pipet atau gelas ukur steril.
- Gunakan vakum untuk menyaring contoh melalui membran dan saring contoh seluruhnya.



- d) Bilas seluruh permukaan dalam corong penyaring dengan air suling steril yang jumlahnya sama dengan jumlah contoh yang disaring, dan saring cairan pembilas.
- e) Sesudah pembilasan selesai hentikan vakum.
- f) Buka kembali peralatan penyaring dengan pinset yang steril angkat membran penyaring dari alat penyaring.
- g) Letakkan membran penyaring di atas perbenihan plate count agar dalam cawan petri (usahakan jangan ada gelembung udara di bawah membran).
- h) Inkubasikan cawan petri dengan posisi terbalik dalam inkubator pada suhu  $(36 \pm 1) ^\circ\text{C}$  selama 48 jam.
- i) Hitung jumlah koloni yang terbentuk pada filter yang menyatakan jumlah angka lempeng total) dalam 100 ml contoh.

## 2.24.2 Bakteri bentuk koli (metode penyaringan membran)

### 2.24.2.1 Prinsip

Pertumbuhan bakteri bentuk koli setelah contoh diinkubasikan dalam pembenihan yang cocok selama 24 jam sampai 48 jam pada suhu  $(36 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

### 2.24.2.2 Peralatan

- cawan petri dari gelas / plastik berdiameter 50 mm -60 mm ;
- pipet ukur 10 ml terkalibrasi ;
- penangas air  $(45 \pm 1) ^\circ\text{C}$  ;
- inkubator terkalibrasi ;
- alat penghitung koloni;
- otoklaf terkalibrasi;
- oven terkalibrasi;
- saringan membran 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- gelas ukur 100 ml.

### 2.24.2.3 Pembenihan

Violet red bile agar.

### 2.24.2.4 Cara kerja

- a) Pasang peralatan penyaring membran yang terdiri dari corong, membran penyaring dan penampung yang telah disterilkan lebih dahulu, dan hubungkan dengan sistem vakum.
- b) Masukkan 100 ml contoh atau sejumlah yang diperlukan ke dalam corong dari alat penyaring dengan menggunakan pipet atau gelas ukur steril.
- c) Gunakan vakum untuk menyaring contoh melalui membran dan saring contoh seluruhnya.
- d) Bilas seluruh permukaan dalam corong penyaring dengan air pengencer atau air suling steril yang jumlahnya sama dengan jumlah cuplikan yang disaring dan saring cairan pembilas
- e) Sesudah pembilasan selesai, hentikan vakum.
- f) Buka kembali peralatan penyaring dengan pinset yang steril angkat membran penyaring dari alat penyaring.
- g) Letakkan membran penyaring di atas perbenihan violet red bile agar dalam cawan petri (usahakan jangan ada gelembung udara di bawah membran).
- h) Inkubasikan cawan dengan posisi terbalik pada suhu  $(36^\circ\text{C} \pm 1) ^\circ\text{C}$  selama 24-48 jam.
- i) Hitung koloni yang berwarna merah gelap yang berukuran 0,5 mm atau lebih pada membran yang menyatakan jumlah bakteri bentuk koli dalam 100 ml contoh.



### 2.24.3 Salmonella

#### 2.24.3.1 Prinsip

Pertumbuhan salmonella pada pembenihan selektif yang dilanjutkan dengan uji biokimia dan uji serologi.

#### 2.24.3.1 Peralatan

- botol pengencer 500 ml;
- tabung reaksi ;
- gelas ukur 1ml dan 10 ml;
- cawan petri 90 mm – 100 mm dan 140 mm – 150 mm;
- gelas sediaan;
- inkubator 37°C , 42°C dan 43°C;
- oven;
- penangas air;
- pengaduk gelas;
- sengkeli (ose);
- membran filter.

#### 2.24.3.3 Perbenihan dan pereaksi

- *Bismuth sulpit agar* (BSA);
- *Briliant green agar* (BGA);
- *Buffered peptone water* (BPW);
- Pereaksi galakosidase;
- Pereaksi indol dan pembenihan indol;
- *Lysine decarboxylation medium* (LDC);
- *Nutrient agar*;
- *Saline solution*;
- *Selenite cystine Broth*;
- *Semi solid nutrient agar*;
- *Tetrathionate brilliant green broth*;
- *Triple sugar iron agar* (TSI agar);
- Urea agar atau urea broth;
- MR-VP medium;
- *Salmonella polyvalent O*;
- *Salmonella polyvalent H* (antisera spicer edwards);
- *XLD (xylose lysine desoxycholate agar)*;
- *SSA (salmonella shigella agar)*;
- *HE agar (hekoen enteric agar)*.

#### 2.24.3.4 Cara kerja

- a) Penyiapan dan homogenisasi contoh;
- b) Pra-pengkayaan (*pre-enrichment*) ;
  1. Pindahkan contoh yang telah dihomogenisasi secara aseptik ke dalam botol 500 ml steril.
  2. Kemudian Inkubasikan pada suhu (36 °C ± 1) °C selama 16 jam - 20 jam.
- c) Pengkayaan (*enrichment*);
  1. Pipet 10 ml biakan pra-pengkayaan ke dalam 100 ml *selenit cystine broth* dan .
  2. Inkubasikan pada suhu 35 °C – 37°C selama 24 jam.
  3. Pipet 10 ml biakan pra-pengkayaan ke dalam 100 ml *tetrathionate Brilliant Green Broth* (BGA).



4. Inkubasikan pada suhu 43°C selama 24 jam.
- d) Penanaman pada pembenihan pilihan / selektif;
  1. Pindahkan biakan pengkayaan dengan menggoreskan masing-masing biakan dengan sengkeli ke dalam cawan petri yang berisi BGA dan BSA atau perbenihan selektif lainnya (XLD, HE agar, SS Agar).
  2. Inkubasikan pada suhu 37°C selama 24 jam.
  3. Amati tersangka koloni salmonella pada media dengan ciri-ciri sebagai berikut :
 

BGA : Koloni yang berwarna merah muda hingga merah atau bening hingga buram dengan lingkaran merah muda sampai merah.

BSA : Koloni berwarna coklat, abu-abu sampai hitam dan kadang-kadang kilap logam. Warna media disekitar koloni mula-mula coklat dan kemudian menjadi hitam, jika masa inkubasi bertambah. Pada beberapa "strain" koloni berwarna hijau dengan daerah disekelilingnya berwarna lebih gelap.

XLD : Koloni berwarna merah muda dengan bintik hitam di tengah.

HE : Koloni berwarna biru-hijau dengan atau tanpa bintik hitam ditengah.

SSA : Koloni tak berwarna sampai merah muda, bening sampai buram.
- e) Konfirmasi atau penegasan (uji biokimia);
  1. Pilih 2 – 5 koloni tersangka dan goreskan pada permukaan nutrien agar dalam cawan petri yang sudah disiapkan terlebih dahulu dan inkubasikan pada suhu 37° C selama 20 jam– 24 jam
  2. Dari koloni yang diisolasi pada nutrien agar dipindahkan ke dalam media sebagai berikut ;
    - A. TSI Agar
      1. Tersangka koloni salmonela dipindahkan keperbenihan miring TSA dengan cara menggores bagian miringnya dan menusuk bagian tegaknya
      2. Inkubasikan pada suhu 37 °C selama 24 jam - 48 jam
      3. Amati terjadinya perubahan – perubahan sebagai berikut;  
Pada bagian tegaknya salmonella akan:
        - memfermentasikan glukosa, warna media berubah dari ungu menjadi kuning
        - Tidak memfermentasikan sakarosa media tetap ungu
        - Dapat membentuk gas H<sub>2</sub>S, warna media berubah dari ungu menjadi hitam
      - Pada bagian miringnya salmonella akan:
        - Dapat memfermentasikan laktosa atau sakarosa warna media menjadi kuning
        - Tidak dapat memfermentasikan laktosa atau sakarosa, warna media tetap merah atau tidak berubah
    - B. Urea agar
      1. Goreskan tersangka koloni salmonella pada permukaan Urea agar miring .
      2. Inkubasikan pada suhu 37 °C selama 24 jam. Timbulnya warna merah muda menunjukkan reaksi positif dan warna tidak berubah reaksi negatif.
    - C. Lysine Decarboxylation Medium
      1. Inokulasikan tersangka koloni salmonella pada perbenihan cair (lysine decarboxylase broth).
      2. Inkubasikan pada suhu 37°C selama 48 jam. Timbulnya warna ungu menunjukkan reaksi positif.
    - D. Beta Galaktosidase Reagent
      1. Suspensikan tersangka koloni salmonella dalam 0,25 larutan saline dalam tabung reaksi.
      2. Tambahkan 1 tetes toluena.
      3. Masukkan ke dalam penangas air pada suhu 37 °C selama beberapa menit.
      4. Tambahkan 0,25 ml pereaksi Betagalactosidase dan kocok.
      5. Simpan lagi dalam penangas air pada suhu 37 °C selama 24 jam. Terbentuknya warna kuning menunjukkan reaksi positif dan bila tidak berubah reaksi negatif.
    - E. VP Medium



1. masukan masing-masing 1 sengkeli tersangka koloni salmonella ke dalam 2 tabung reaksi yang masing-masing berisi 0,2 ml perbenihan VP.
2. Inkubasikan tabung ke 1 pada suhu kamar dan tabung ke 2 pada suhu 37°C selama 48 jam.
3. Kemudian pada tiap tabung tambahkan 2 tetes larutan creatine, 3 tetes larutan. alphanafol dan 2 tetes pereaksi KOH lakukan pengocokan tiap kali menambahkan pereaksi.
4. Amati dalam waktu 15 menit. Terbentuknya warna merah jambu sampai merah tua menunjukkan reaksi positif dan bila tidak berubah reaksi negatif.

#### F. Indol Medium

1. Masukan 1 sengkeli tersangka koloni salmonella ke dalam media indol tabung.
2. Inkubasikan pada suhu 37°C selama 24 jam lalu tambahkan 1 ml pereaksi indol.
3. Terbentuknya warna gelang merah menunjukkan reaksi positif dan bila tidak berubah atau warna kuning kecoklatan reaksi negatif.

Reaksi biokimia dari salmonella

- a. TSI agar  
Bagian tegaknya : warna kuning dengan atau tanpa warna hitam (H<sub>2</sub>S)  
Bagian miringnya : warna merah atau tidak berubah
- b. Urea agar : warna merah atau tidak berubah (reaksi negatif)
- c. Lysine decarboxylase : warna ungu (reaksi positif)
- d. Beta-galactosidase : warna tidak berubah (reaksi negatif)
- e. Uji vogel-proskauer : warna tidak berubah (reaksi negatif)
- f. Uji indol : warna kuning kecoklatan (reaksi negatif)

#### Uji serologi

Lakukan uji serologi bila reaksi biokimia menunjukkan ada salmonella. Ambil 1 sengkeli biakan dari TSI agar dan oleskan pada gelas sediaan. Kemudian teteskan sedikit antisera di samping biakan. Dengan menggunakan segkeli campur tetesan antisera dengan kultur hingga homogen. Penggumpalan yang terjadi menunjukkan uji positif. Jika reaksi biokimia menunjukkan adanya salmonella dan uji serologi positif, maka salmonella dinyatakan positif.

### 2.24.4 *Pseudomonas aeruginosa* dengan metode penyaringan membran

#### 2.24.4.1 Prinsip

Pertumbuhan *P. aeruginosa* pada penyaringan membran dengan penampakan rata dengan pinggiran luar terang/cerah dari bintik coklat sampai hijau hitam di tengah setelah diinkubasikan pada suhu (41,5 ± 0,5)°C selama 72 jam dalam pembenihan yang cocok.

#### 2.24.4.2 Peralatan

- gelas ukur 100 ml;
- pipet 100 ml terkalibrasi;
- cawan petri 50 mm x 12 mm;
- saringan membran 0,45 µm;
- pinet steril;
- unit alat penyaringan ;
- inkubator (41,5 ± 0,5)°C.

#### 2.24.4.3 Perbenihan

- a). M-PA agar



agar ini dapat disiapkan dari bahan dasar sebagai berikut :

1. L-Lisin HCL	0,5 g
2. Natrium klorida NaCl	0,5 g
3. Ekstrak ragi	2,0 g
4. Ksilosa	2,5 g
5. Sukrosa	1,25 g
6. Laktosa	1,25 g
7. Merah Fenol	0,08 g
8. Feri ammonium sitrat	0,8 g
9. Natrium tio sulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	6,8 g
10. Agar	15,0 g
11. Air suling	1 l

Larutkan semua bahan-bahan dalam air suling, atur pH ( $6,5^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ), sterilkan menggunakan autoklaf pada suhu  $121^\circ\text{C}$  selama 15 menit, setelah steril dinginkan sampai suhu  $55^\circ\text{C} - 60^\circ\text{C}$ . Atur pH kembali menjadi ( $7,1^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ). Tambahkan anti biotik kering sulfapiridin 176 mg; kanamisin 8,5 mg; nalidixic acid 37,0 mg; dan dikloheksamida 150 mg untuk 1 l perbenihan tersebut. Sesudah semua anti biotik tercampur, tuang sebanyak 3 ml perbenihan ke dalam cawan petri berukuran 50 mm x 12 mm. Simpan cawan yang berisi perbenihan tersebut pada suhu  $2^\circ\text{C} - 10^\circ\text{C}$ . Buang perbenihan yang tidak terpakai sesudah satu bulan penyimpanan.

b). Modifikasi MPA agar

(M-PA-C agar yang masih tersedia secara komersial sudah mengandung magnesium, sulfat, kanamisin dan nalidixic acid)

c) Agar susu (milk agar)

Bagian A

Susu Instan tidak berlemak atau sejenisnya	100 g
Air suling	500 ml

Bagian B

Nutrient broth	12,5 g
Natrium klorida, NaCl	2,5 g
Agar	15,0 g
Air suling	500 ml

Sterilisasi bagian A dan B secara terpisah, setelah steril cepat dinginkan sampai  $55^\circ\text{C}$ . Secara aseptik campurkan bagian A dan B. Lalu tuangkan lebih kurang 200 ml perbenihan ke dalam cawan petri berukuran 100 mm X 15 mm

#### 2.24.4.4 Cara kerja

a) Uji Pendugaan

- Pasang peralatan penyaring membran yang terdiri dari corong, membran penyaring dan penampung yang telah disterilkan lebih dahulu dan hubungkan dengan vakum sistem
- Masukkan 200 ml contoh ke dalam corong dari alat penyaring dengan menggunakan gelas ukur steril.
- Gunakan vakum untuk penyaring contoh melalui membran dan saring contoh seluruhnya.
- Bilas seluruh permukaan dalam corong penyaring dengan air suling steril yang jumlahnya sama dengan jumlah contoh yang disaring. Saring cairan pembilas kemudian hentikan vakum setelah pembilasan selesai.
- Buka kembali peralatan penyaring dan dengan pinset yang steril angkat membran penyaring dari alat penyaring.
- Letakkan membran penyaring diatas perbenihan M-PA (usahakan jangan ada gelembung udara dibawah membran).



- Inkubasikan cawan dengan posisi terbalik pada suhu  $(41,5 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$  selama 72 jam.
- Amati koloni yang diduga *P. aeruginosa* dengan ciri-ciri sebagai berikut: koloni dengan diameter 0,8 mm – 2,2 mm, penampakan rata dengan pinggiran luar terang dan bintik coklat sampai hijau hitam di tengah. Hitung koloni yang diduga dari membran penyaring yang mengandung 20 koloni – 80 koloni.

b) Uji penegasan

- Gores koloni yang diduga di atas permukaan perbenihan agar susu sepanjang 2 cm – 4 cm.
- Inkubasikan cawan tersebut dengan posisi terbalik pada suhu  $(36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C})$  selama 24 jam.
- *P. aeruginosa* menghidrolisis kasein dan menghasilkan *diffusible* pigmen yang menyebar berwarna kuning sampai hijau.

#### 2.24.4.5 Perhitungan

Hitung dan catat jumlah koloni *P.aeruginosa* / 100 ml.





## Bibliografi

*Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association; American Water Works Association: Water Environment Federation. 20th Ed. Washington DC, APHA, 1998 yaitu:*

- 2120, Color, B. Visual Comparison Method.
- 2130, Turbidity, B Nephelo Metric Method.
- 4500,  $H^+$ , pH Value, B. Electrometric Method.
- 2540, B. Total Solid Dried.
- 4500'  $KMnO_4$ . Potasium Permanganate, B. Spectrophotometri Method.
- 5310, Total Organic Carbon (TOC), C. Persulfate Spectrophotometric Screening Method.
4500.  $NO_3^-$ . Nitrogen (Nitrate). B. Ultraviolet Persulfate Spectrophotometric Screening Method.
4500.  $NO_2^-$ . Nitrogen (Nitrite). B. Colorimetric Method 4500.  $NH_3$ . Nitrogen (Ammonia). F. Phenate method.
4500.  $SO_4^{2-}$  Sulfate. E. Turbidimetric Method.
4500.  $Cl^-$ . Chloride. B. Argentometric Method.
4500.  $CN^-$ . Cyanide, E. Colorimetric Method.
3500. Fe. Iron, Electrothermal Atomic Absorption (3113B) and ICP Method (3120).
3500. Mn, Manganese, Electrothermal Atomic Absorption (3113B) and ICP Method (3120 and 3125).
4500. Cl, Chlorine (Residual), G. DPD Colorimetric Method.
3500. Cr, Chromium, Electrothermal Atomic Absorption (3113B) and ICP Method (3120).
- 3500 Ba, Barium, Electrothermal Atomic Absorption (3113 B) and ICP method (3120).
3500. B, Boron, ICP Method (3120), Curcumin Method (B).
3500. Se. Selenium, Electrothermal Atomic Absorption (3113B), Hydride Generation Atomic Absorption Method (3114B and C), ICP Method (3120).
3500. Pb, Lead, Electrothermal Atomic Absorption (3113B) and ICP Method (3120).
3500. Cu, Copper, Electrothermal Atomic Absorption (3113B) and ICP Method (3120).
3500. Cd, Cadmium Electrothermal Atomic Absorption (3113B) and ICP Method (3120).
3500. Hg, Mercury, Spectrophotometer Atomic Absorption.
3500. Ag, Silver, Electrothermal Atomic Absorption (3113B) and ICP Method (3120).
3500. Co, Cobalt, Electrothermal Atomic Absorption (3113B) and ICP Method (3120).
3500. As, Arsenic, Electrothermal Atomic Absorption (3113B). The hydride generation-atomic absorption (3114B).
9215. Heterotrophic. Plate Count, D. Membrane Filter Method.
9222. Membrane Filter Technique Members of The Coliform Group.
9260. Detection of Pathogenic Bacteria, B. General Qualitative Isolation and Identification Procedure for Salmonella.
9213. Recreational Waters, E. Membrane Filter Technique for *Pseudomonas aeruginosa*.





















**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.or.id](mailto:bsn@bsn.or.id)